

# **EXHIBIT 93**

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

CONFIDENTIEL

**SAMPLE N° 825427**

**REANALYSIS**

## LIST OF CONTENT

<b>SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART</b>	<b>pages 1-4</b>
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
<b>SECTION 2 : TECHNICAL PART</b>	<b>pages 5-87</b>
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive reference	30
- Negative aliquot and Sample A 825427 for each fraction	34
4-3 Data on instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 825427 for each fraction	56
5-3 Data on instrument performances	68
5-4 Result form	86
<b>SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209</b>	<b>page 88</b>

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Date de l'analyse de contrôle : 19.04.2007

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Demande :**

Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 825 427

Nature du milieu biologique : URINE

**Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle :**

Laboratoire			Témoin Indépendant	Expert	Autres
Nom :	Crime Bouillon	FREAT Claire			USA DA
Signature :					

**Chaîne de détention interne :**

Lieu de déstockage : Chambre froide ☒ Congélateur ☐ n°...CHF...1

Conditions de stockage : -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☒

Destockage des flacons : A ☒ B ☐

Date : 19.04.2007 Heure : 11 h 20 Opérateur : L.D.

**Vérification de l'identification :**

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° : A 825 427

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☐ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

**Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			USA DA 

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

**Ouverture du scellé :**

Date : 19/04/2007. Heure : 11h35. Opérateur : 26.....

Localisation : salle n° 004.....

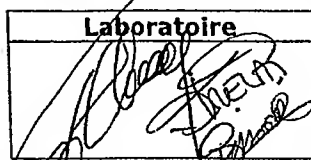
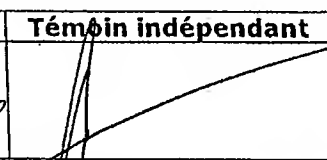
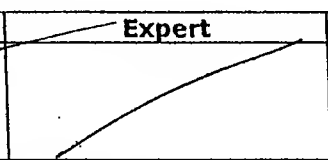
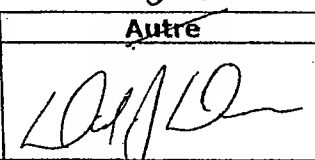
N° du flacon : A825427.

Volume : 35 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			

**Remise sous scellé :**

Oui ☒

Non ☐

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

Système : Versapak ☐ Berlinger ☐ Autre ☐ .....

N° de flacon : ..... N° de scellé : .....

Volume restant : .....

Lieu de stockage Chambre froide ☐ Congélateur ☐ n°.....

Conditions de stockage -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☐

**Stockage de la remis sous scellé**

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

**Validation de la remis sous scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES FLACONS A ET B

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
		-	-

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 825427

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°3 puis restockage
19/04/2007 11h20	10	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°4
19/04/2007 11h35	26	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
19/04/2007 11h40	26	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : <b>E-TE-05B</b> Version : <b>C</b> Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 825427

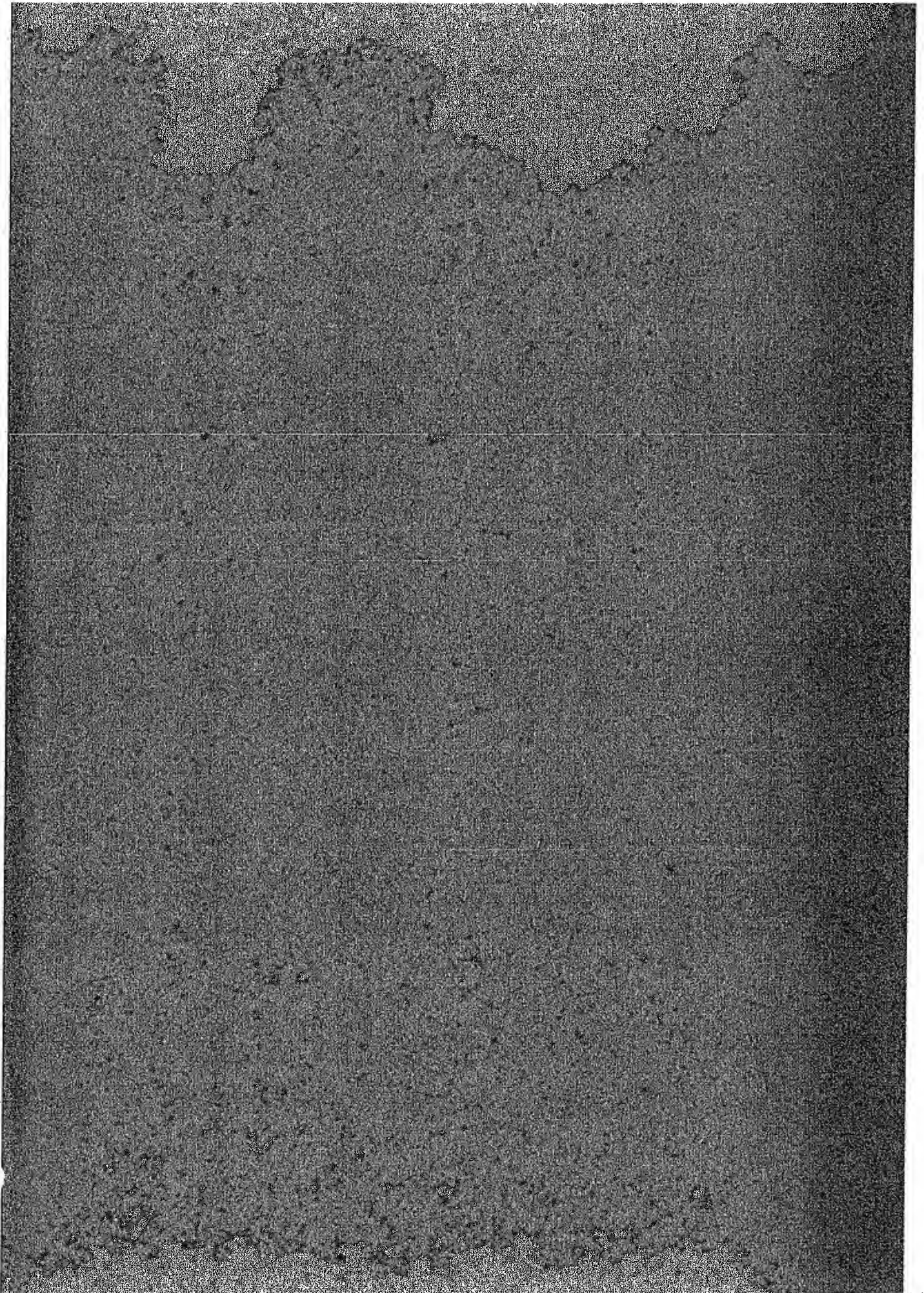
Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
19/04/2007 12h05	Aliquote EC31	26	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
20/04/2007 9h15	Aliquote EC31	26	Fin de préparation	
20/04/2007 18h30	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
21/04/2007 09h45	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Reprise pour analyses IRMS	
21/04/2007 12h58	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	<b>Absence d'appauvrissement isotopique significatif</b>

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.





LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
<b>FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES</b>		
<b>ECHANTILLON</b>		
N° de laboratoire :		N° échantillon : <b>A 825027</b>
Produit(s) confirmé(s) :	<b>Analyse Post-mortem 2912C</b>	
pH mesuré en conf :	<b>6.1</b>	Densité affichée en conf : <b>1.018</b>
		Réfractomètre n° : <b>2</b>
		* Densité corrigée : <b>1.026</b>
<b>CONFIRMATION QUALITATIVE</b>		
Essai n° :	<b>EC 31</b>	
Mode opératoire de préparation :	<b>M-EX- 24</b>	Version : <b>2</b>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN- 5214</b>	Version : <b>A1B</b>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/> CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/> Cytométrie <input type="checkbox"/>
<b>CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<b>EC</b>	
Mode opératoire de préparation :	<b>M-EX-</b>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN-</b>	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/> CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :	<input type="text"/>	
* Concentration corrigée :	<input type="text"/>	
<b>CONFIRMATION QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN-</b>	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/> IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :	<input type="text"/>	
* Seuil corrigé :	<input type="text"/>	
<b>DEPISTAGE RAPIDE</b>		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 - HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : <b>22</b>	Code opérateur du responsable : <b>10</b>	
Date et paraphe : <b>22/4/17</b>	Date et paraphe : <b>22/04/17</b>	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>		
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :	<b>5</b>	

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

\* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse GC/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

- GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

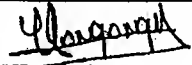
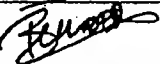
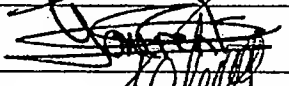
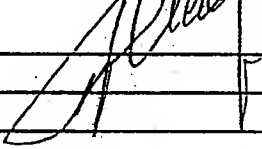
Traiter simultanément :  
un blanc urinaire ...  
un aliquot échantillon

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

CONFIDENTIEL

6

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
<b>CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01  
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Biohit 1-5ml  
Cônes Biohit

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube  
préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg  
Tubes Kimbles 16x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate  
pH = 6.5

Dispensette

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de  
β-glucuronidase

Compte goutte

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarck  
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans  
tubes préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg  
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le  
19 JAN. 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD  
CONFIDENTIEL  
Azote  
Tampon Phosphate pH = 6.5  
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

β-glucuronidase  
Chambre froide à +4°C

Azote

8

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

### Opérations

### Matériel

### Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube  
les extraits du même échantillon :  
Mettre de côté un tube sec  
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans  
les autres tubes et agiter 10s avant  
de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur  
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec  
500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine  
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner  
Vortex

Pyridine desséchée  
Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du  
tube en position quasi horizontale  
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

**CONFIDENTIEL**

Dériver le tube bien fermé 1h00  
à 60°C ou laisser  
une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C  
ou  
Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile  
Agiter 10 secondes  
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure  
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml  
Cônes Biohit  
Vortex

Acétonitrile  
Eau ultrapure

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg  
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions  
F1 (environ 2h00)  
F2 (environ 1h30)  
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

### Traitement des fractions F1, F2 et F3

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

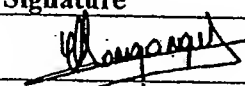
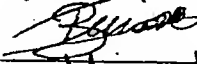

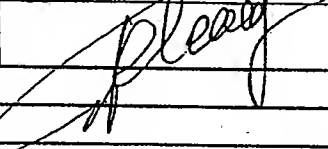
CONFIDENTIEL

### Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

10

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

*M*

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

*Documents utilisés: I-M-02, I-N-02*

### 1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2 : Eau ultrapure  
Voie 3 : Acétonitrile  
Voie 4 : Rien  
Voie 5 : Rien  
Voie 6 : Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

### 2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1  
Echantillon 1  
Blanc urinaire 2  
Echantillon 2  
...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

12



<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

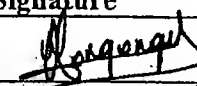

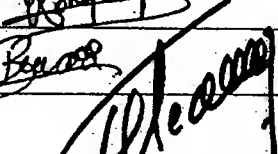
**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

**CONFIDENTIEL**

13

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS
------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

14

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C <sub>18</sub> Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

### 1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2 : Eau ultrapure  
Voie 3 : Acétonitrile  
Voie 4 : Rien  
Voie 5 : Rien  
Voie 6 : Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

### 2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1  
Blanc urinaire 1 tube 2  
Blanc urinaire 1 ....  
Echantillon 1 tube 1  
Echantillon 1 tube 2  
Echantillon 1 ....  
Blanc urinaire 2 tube 1  
Blanc urinaire 2 tube 2  
Blanc urinaire 2 ....

15

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1  
Echantillon 2 tube 2  
Echantillon 2 ....

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

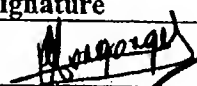

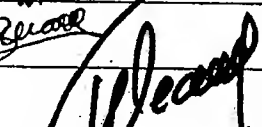
### 3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

16

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS
------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

17

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C <sub>18</sub>
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le  
08 SEP. 2005

### 1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2: H<sub>2</sub>O (ultrapure)  
Voie 3: Acétonitrile  
Voie 4: Rien  
Voie 5: Rien  
Voie 6: Rien  
Voie 7: Rien  
Voie 8: Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

### 2.- LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)  
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.  
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

18

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

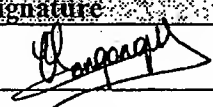
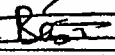
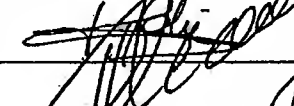
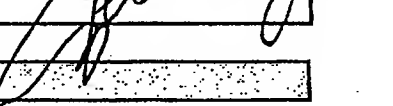
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

### 3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

**CONFIDENTIEL**

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H <sub>2</sub> O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH <sub>3</sub> CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H <sub>2</sub> O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

**CONFIDENTIEL**



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 825424

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date :

29/11/17

Heure :

11h20

Prise d'essai:

Volume:

26 mL

Heure:

11h40

Paraphe:

Def

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	29/11/17	pHmet n° : 1	20.9	6.58	Def
Densité	29/11/17	Refract n° : 2		1.018	Def

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1.023

Prise d'essai :

18 mL

Paraphe :

Def

#### Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	29/11/17	12h05		Rapid Trace : RTD	Def
	29/11/17		14h00		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	29/11/17	14h05	15h05	Bain à sec (BSE) : 321	Def
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	29/11/17	15h00		Code du tampon : H2O T3B206.10	Def
	29/11/17		16h00	DLU* de la βGlu : 18.57 Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	29/11/17	16h20		Rapid Trace : RTD	Def
	29/11/17		18h20		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

\*DLU: date limite d'utilisation

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	19/4/17	18h20	19h45	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	19/4/17	19h50		DLU* Anhydride acétique : 2408	Ref
	20/4/17		9h5	DLU* Pyridine : 121057 Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	20/4/17	9h5	9h30	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Troisième extraction	20/4/17	9h40		Rapid Trace : 121120	Ref
	20/4/17		11h05		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	20/4/17	11h10	11h05	Bain à sec (BSE) : 114	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI,	20/4/17	11h20		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	Ref
Mise en vial	20/4/17		11h30	521	
Evaporation	20/4/17	11h35		Bain à sec (BSE) : S21	Ref
	20/4/17		11h45		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

#### Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	20	2
Volume hexane (µl)	100	100	100

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	29/4/17	14h48			22/2
Injection CG/MS	29/4/17	14h50		MSD 22	22/2
	21/4/17		9h45		
Ajout du SI si nécessaire	21/4/17	11h40		Code du SI (200ng/μL) : H67- 22/2	22/2
Evaporation	21/4/17	11h45	11h50	Bain à sec (BSE) : 321	22/2
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	12	70	12
Volume final hexane (μl)	60	600	35
	2	2	3

23

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	21/4/13	11h52			Baf
Injection GC/C/IRMS	21/4/17	11h55		ISOPRIME 2	Baf

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

### 1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

CONFIDENTIEL

### 2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

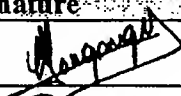
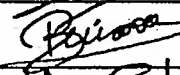
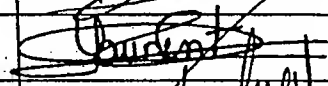
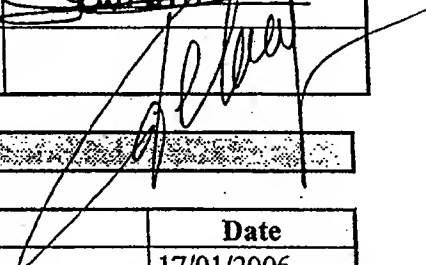
APProuvé le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

25

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 2 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	09/05/2006	

#### EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

**CONFIDENTIEL**



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 1 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

### COLONNE

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732  
Longueur: 30m  
Diamètre interne: 0.25mm  
Epaisseur du film: 0.25µm

### INJECTION

Mode: Splitless (insert splitless)  
Température injecteur: 280°C  
Volume injecté: 1µl  
Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile  
Solvant B: Hexane

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

### CONDITIONS GC:

Température initiale: 70°C pendant 1 min  
Gradient de température: 70→270°C à 30°C/min  
270°C pendant 12 min  
270→300°C à 10°C/min  
300°C pendant 3 min  
Température finale: 25.67 min  
Temps d'analyse: 0.5 min  
Temps d'équilibrage de la colonne: Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)  
Pression constante: 300°C  
Température de la ligne de transfert

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

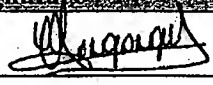

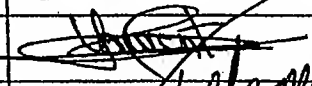
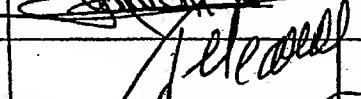
### CONDITIONS SM:

Solvent delay: 9 min  
Température quad: 150°C  
Température Source: 230°C  
Fichier tune: Autotune  
Mode d'acquisition: Full scan 50-550 uma

CONFIDENTIEL



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélié LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2007\Avril07\2004.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\2004\

Top Pre-Seq Cmd:

Instrument Control Pre-Seq Cmd:

Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:

Instrument Control Post-Seq Cmd:

Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch

(X) Full Method (X) Inject Anyway

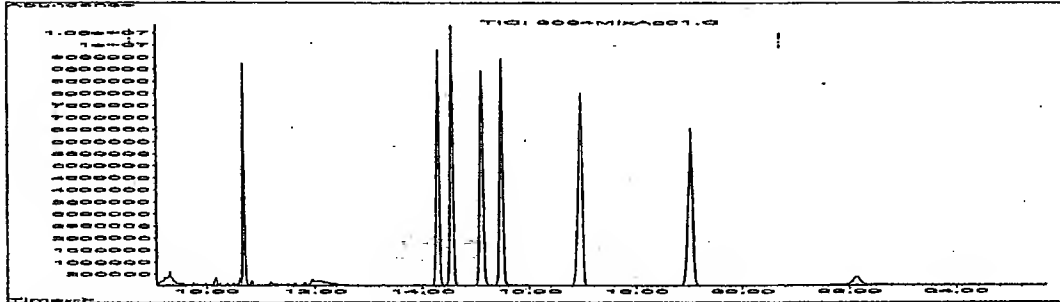
( ) Reprocessing Only ( ) Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info
1) Calibration	1	
		Datafile 2004MixAc01
		Method MAN_52
2) Calibration	2	
		Datafile 2004MixAc02
		Method MAN_52
3) Blank	3	Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4) Sample	4	425f3 MAN_52 A 825425 F3
5) Blank	5	Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6) Sample	6	425f2 MAN_52 A 825425 F2
7) Blank	7	Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8) Sample	8	425F1 MAN_52 A 825425 F1
9) Blank	9	Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10) Sample	10	427f3 MAN_52 A 825427 F3
11) Blank	11	Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12) Sample	12	427F2 MAN_52 A 825427 F2
13) Blank	13	Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14) Sample	14	427F1 MAN_52 A 825427 F1

Séquence vérifiée par : 20

Remarques : .....

Data File Name 2004MixAc01.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/20/2007 12:30  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	11,067,727
Etiocholanolone AC	14.30	1.339	272	18,825,488
Androsterone AC	14.57	1.364	272	31,039,631
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.416	256	18,669,368
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.451	316	23,483,844
11 KetoEtiocholanolone AC	16.98	1.589	271	23,997,600
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.05	1.783	284	22,429,591

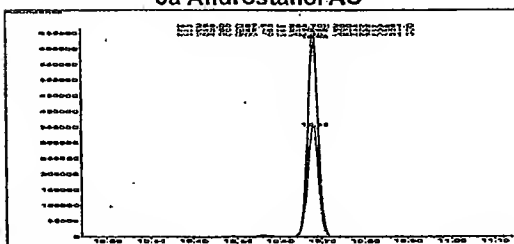
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,892,954	107.5
Etiocholanolone AC	257	12,266,677	65.2
Androsterone AC	257	13,633,738	43.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,278,907	87.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	14,721,038	62.7
11 KetoEtiocholanolone AC	191	20,377,486	84.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,001,366	58.0

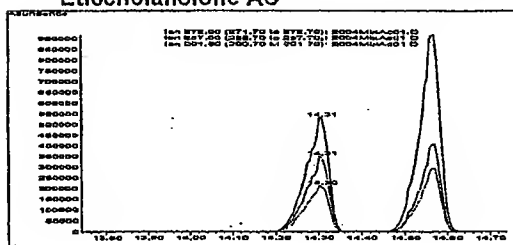
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,411,911	57.9
Etiocholanolone AC	201	7,794,081	41.4
Androsterone AC	218	9,864,713	31.8
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	14,720,217	78.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,186,584	51.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,970,419	58.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,990,158	26.7

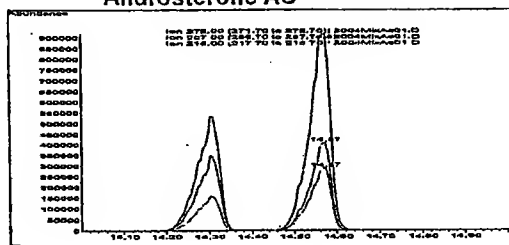
5a Androstanol AC



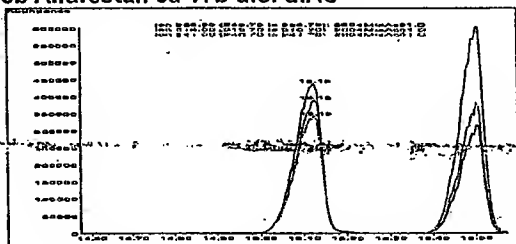
Etiocholanolone AC



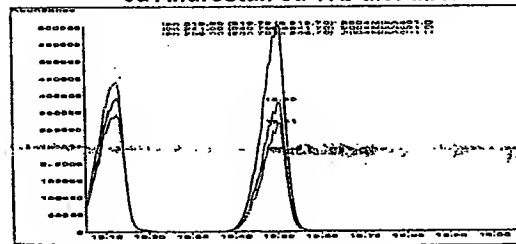
Androsterone AC



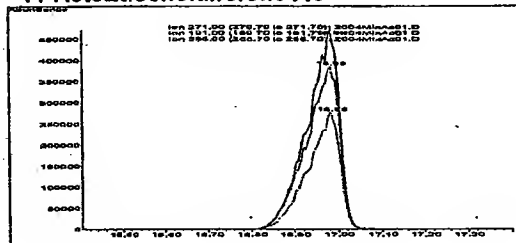
5b Androstan 3a 17b diol diAC



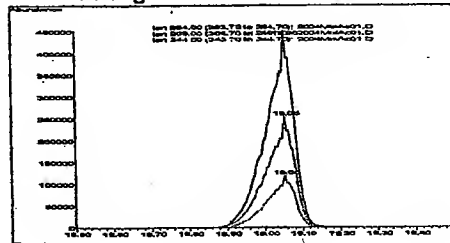
5a Androstan 3a 17b diol diAC



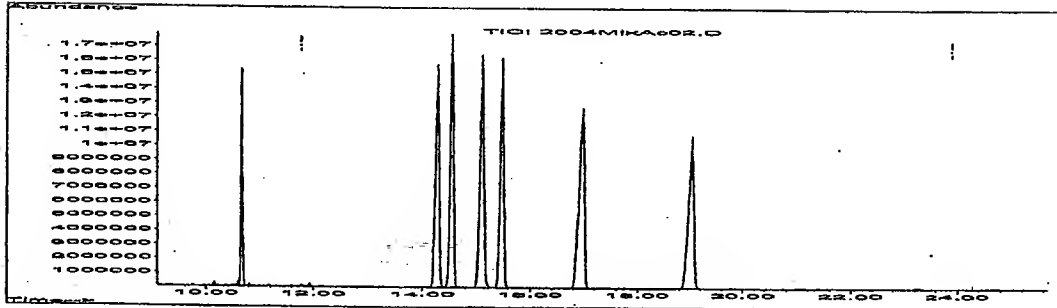
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 2004MixAc02.D  
 Data File Path D:\MSd22\2007\Avril\07\2004\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/20/2007 13:02  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 100  
 Vial Number 2  
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	22,101,558
Etiöcholanolone AC	14.31	1.341	272	38,854,788
Androsterone AC	14.58	1.366	272	65,176,527
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.417	256	39,251,208
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.453	316	50,911,040
11 KetoEtiöcholanolone AC	17.01	1.594	271	50,492,412
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.07	1.787	284	48,041,412

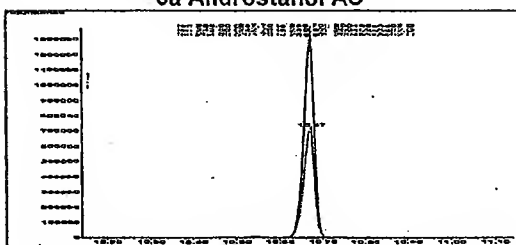
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	23,515,895	106.4
Etiöcholanolone AC	257	25,110,254	64.6
Androsterone AC	257	28,748,428	44.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	34,813,101	88.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	30,641,043	60.2
11 KetoEtiöcholanolone AC	191	42,675,165	84.5
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	27,596,161	57.4

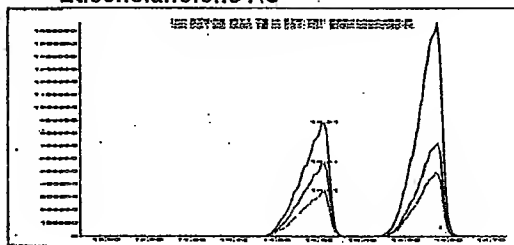
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	12,747,543	57.7
Etiöcholanolone AC	201	15,453,599	39.8
Androsterone AC	218	20,331,177	31.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	30,404,237	77.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	25,769,520	50.6
11 KetoEtiöcholanolone AC	286	29,773,428	59.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,847,788	26.7

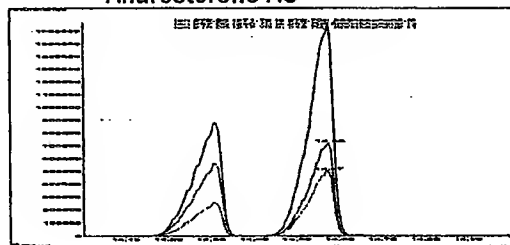
5a Androstanol AC



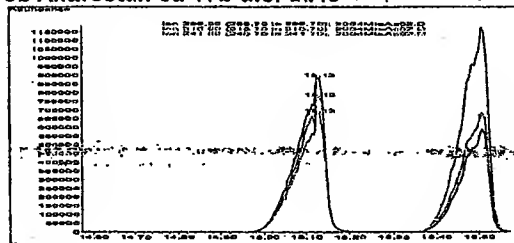
Etiocholanolone AC



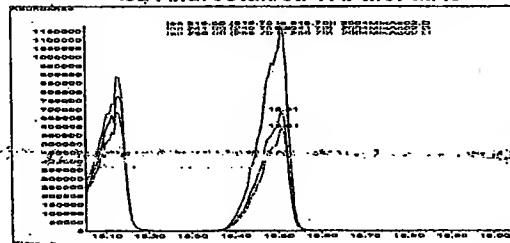
Androsterone AC



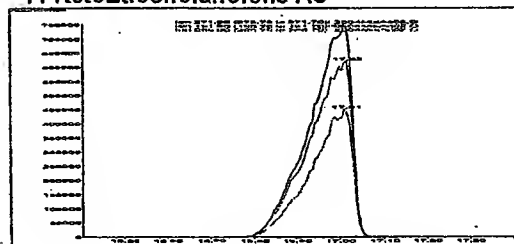
5b Androstan 3a 17b diol diAC



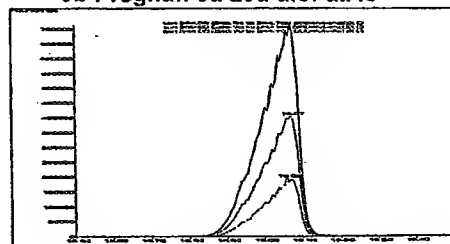
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\2004\Blu2F1.D

Data File Name Blu2F1.D

Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

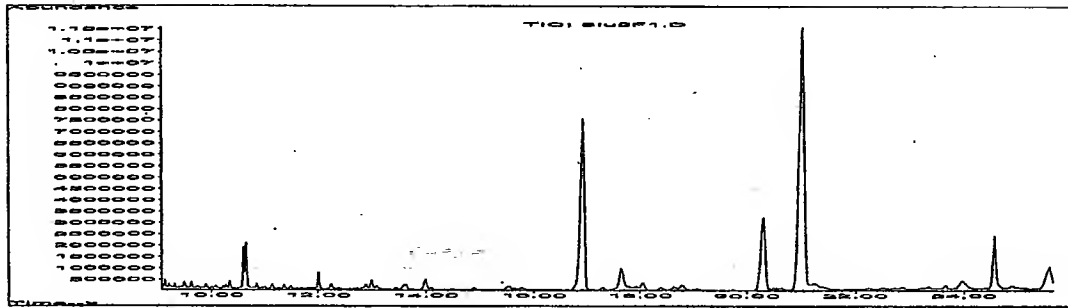
Date Acquired 4/20/2007 20:06

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 2 F1

Vial Number 13

Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,470,218
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.93	1.589	271	21,433,710
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

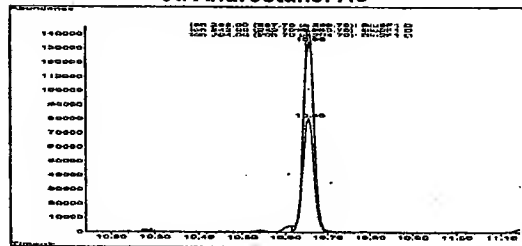
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,674,497	108.3
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	19,126,536	89.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

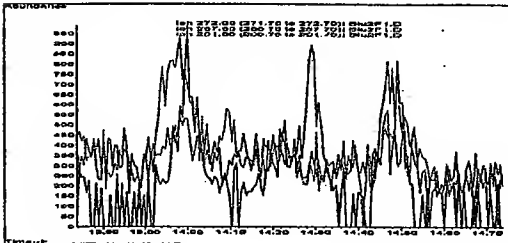
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,468,491	59.4
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	12,536,546	58.5
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

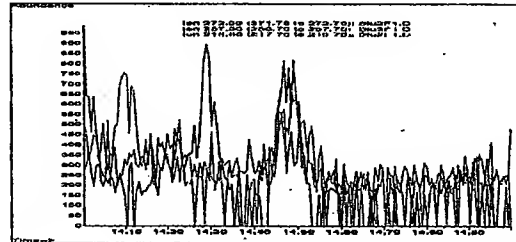
5a Androstanol AC



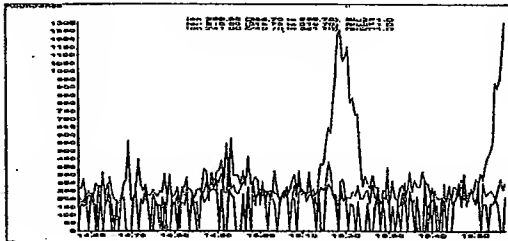
Etiocholanolone AC



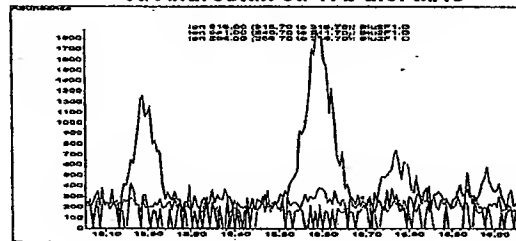
Androsterone AC



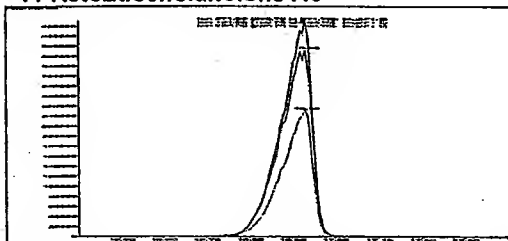
5b Androstan 3a 17b diol diAC



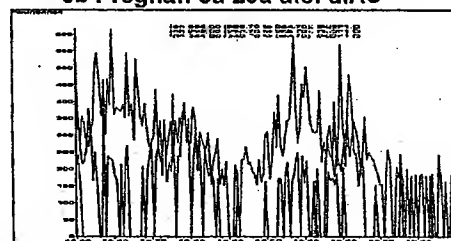
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC





Data File Name 427F1.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator: 26

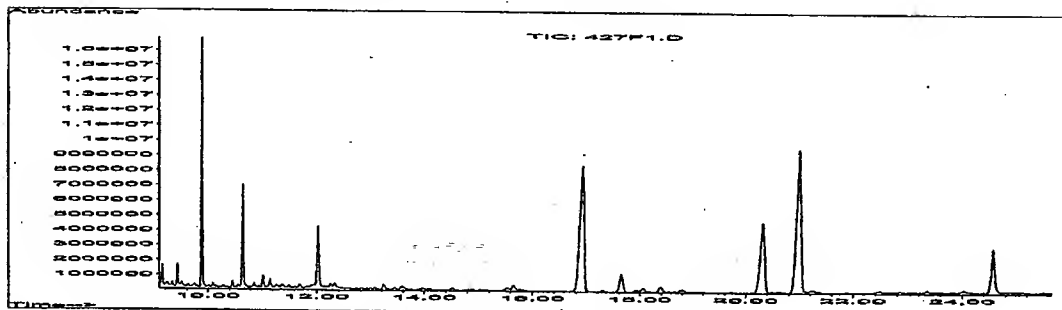
Date Acquired 4/20/2007 20:38

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name A 825427 F1

Vial Number 14

Misc Info A 825427 Fraction 1 dans 100µL

Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,336,271
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.94	1.590	271	26,535,552
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

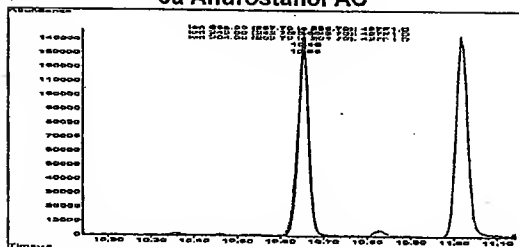
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,570,369	110.0
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	23,232,250	87.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

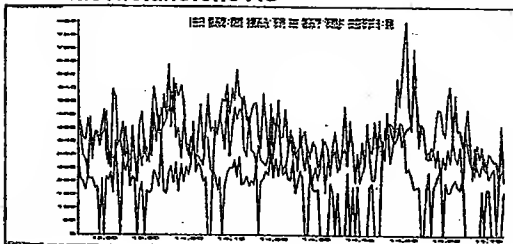
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,410,185	103.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	15,701,473	59.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

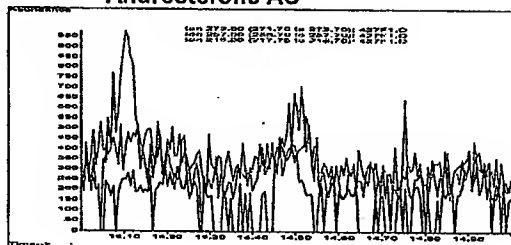
5a Androstanol AC



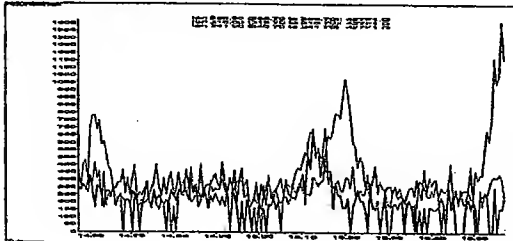
Etiocholanolone AC



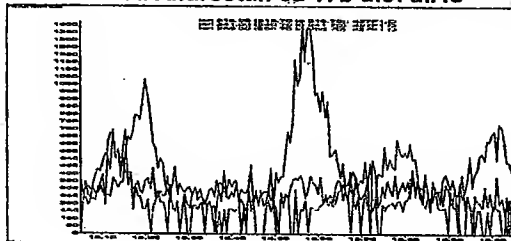
Androsterone AC



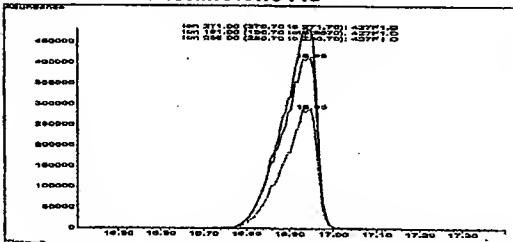
5b Androstan 3a 17b diol diAC



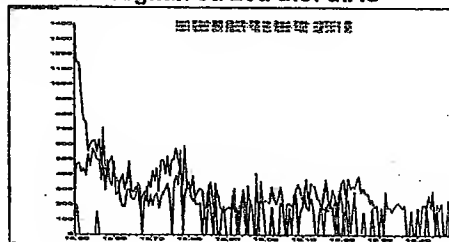
5a Androstan 3a 17b diol diAC



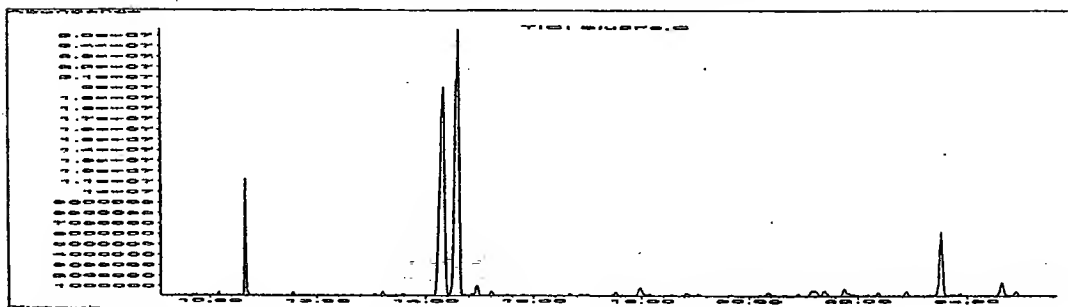
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F2.D  
 Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\2004\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/20/2007 19:02  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 2 F2  
 Vial Number 11  
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	15,355,554
Etiocholanolone AC	14.35	1.345	272	61,880,928
Androsterone AC	14.62	1.371	272	124,930,059
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

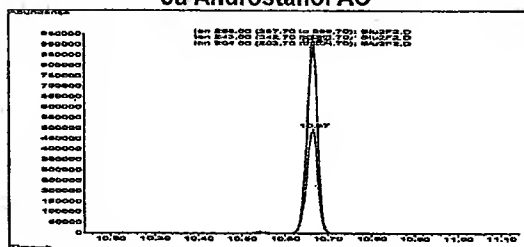
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	16,484,668	107.4
Etiocholanolone AC	257	38,985,561	63.0
Androsterone AC	257	53,783,963	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

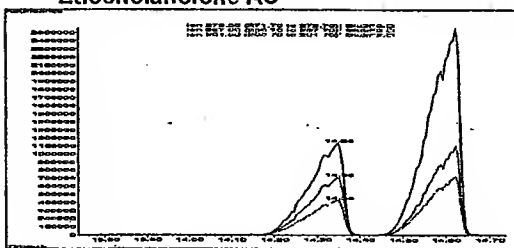
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,834,695	57.5
Etiocholanolone AC	201	24,074,243	38.9
Androsterone AC	218	38,348,495	30.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

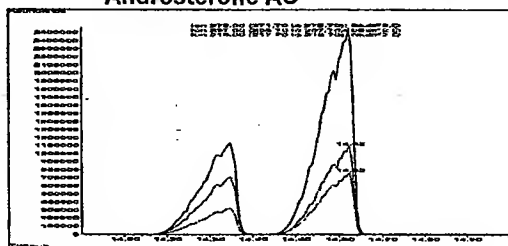
5a Androstanol AC



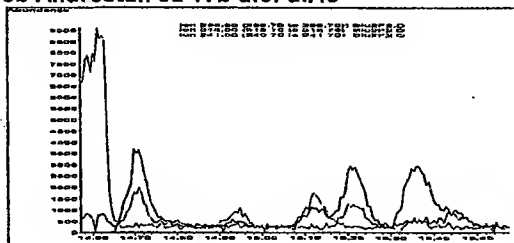
Etiocholanolone AC



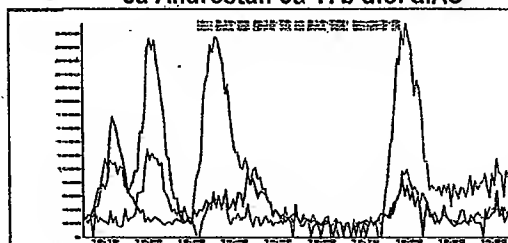
Androsterone AC



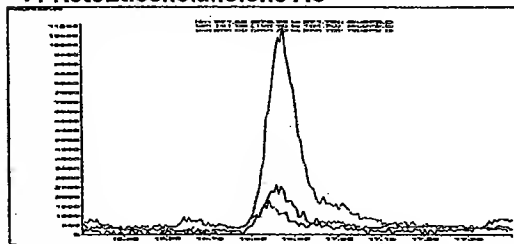
5b Androstan 3a 17b diol diAC



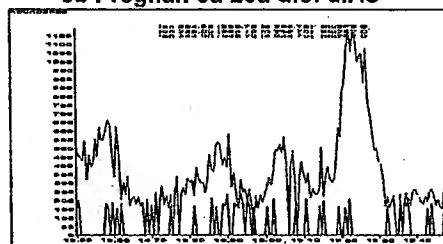
5a Androstan 3a 17b diol diAC



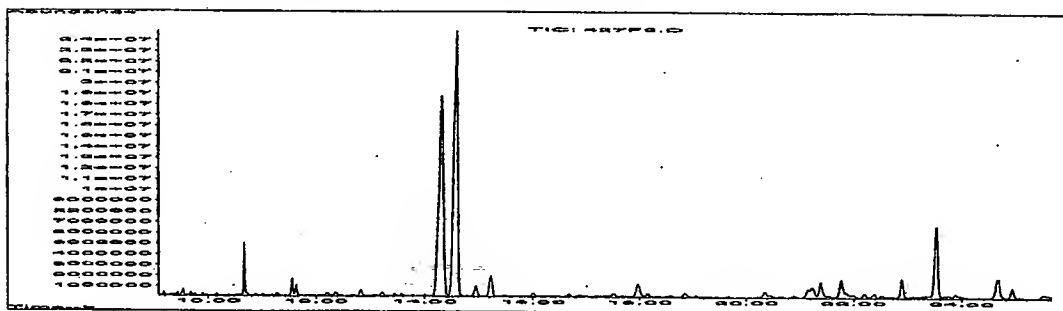
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 427F2.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/20/2007 19:34  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825427 F2  
 Vial Number 12  
 Misc Info A 825427 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	6,194,368
Etiocholanolone AC	14.33	1.344	272	52,773,196
Androsterone AC	14.61	1.370	272	114,642,869
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

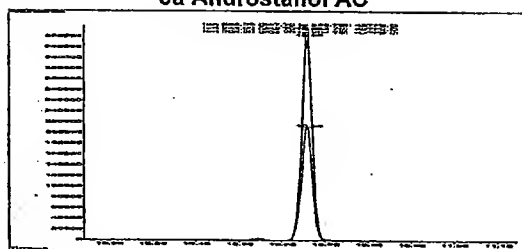
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,708,608	108.3
Etiocholanolone AC	257	33,337,815	63.2
Androsterone AC	257	49,211,921	42.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

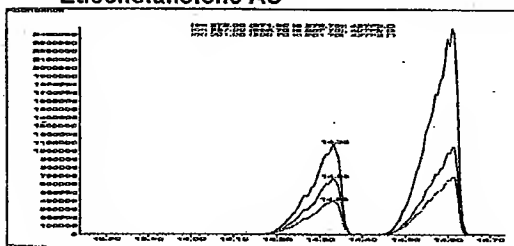
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,578,125	57.8
Etiocholanolone AC	201	20,789,565	39.4
Androsterone AC	218	35,098,523	30.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

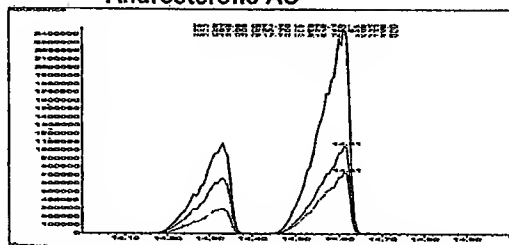
5a Androstanol AC



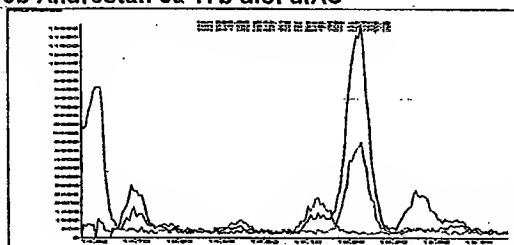
Etiocholanolone AC



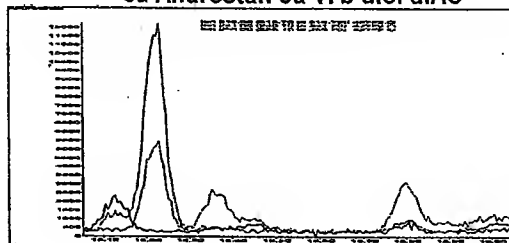
Androsterone AC



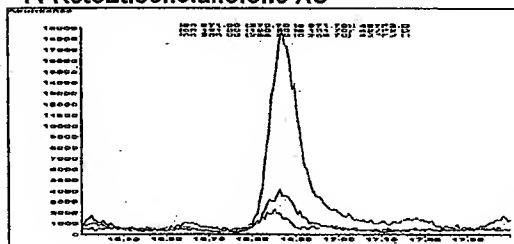
5b Androstan 3a 17b diol diAC



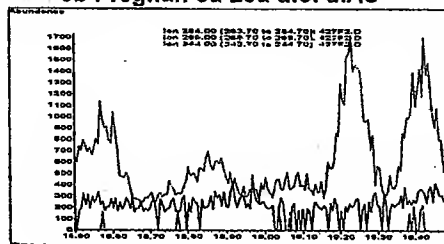
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



41

Data File Name Blu2F3.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

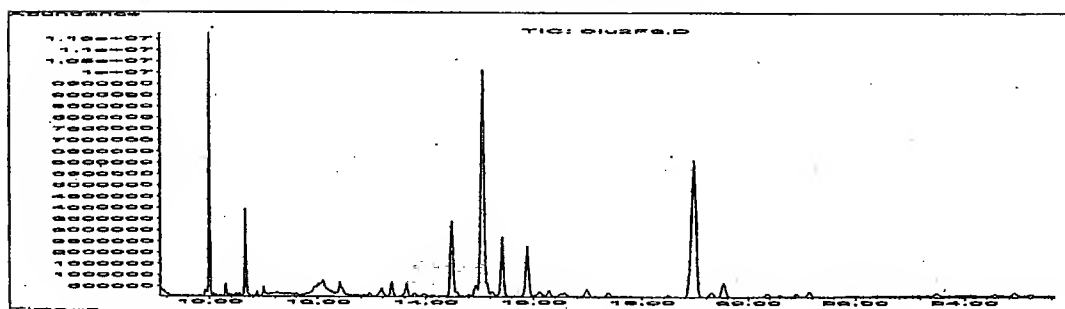
Date Acquired 4/20/2007 17:57

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 2 F3

Vial Number 9

Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL

Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	5,097,629
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.08	1.414	256	19,574,909
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.42	1.447	316	5,489,414
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.99	1.781	284	21,442,242

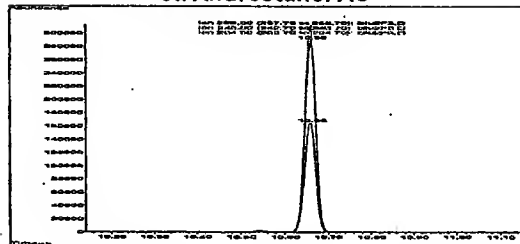
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,509,975	108.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,789,384	85.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,562,717	64.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	12,340,247	57.6

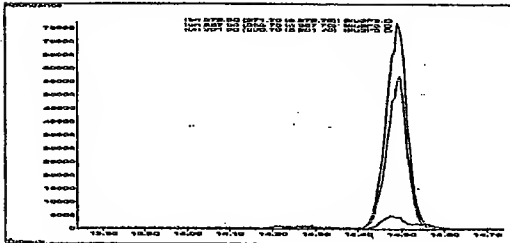
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,939,629	57.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,502,674	79.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,910,450	53.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,941,470	27.7

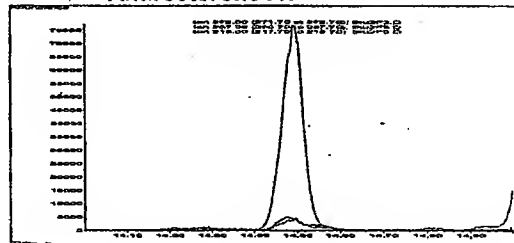
5a Androstanol AC



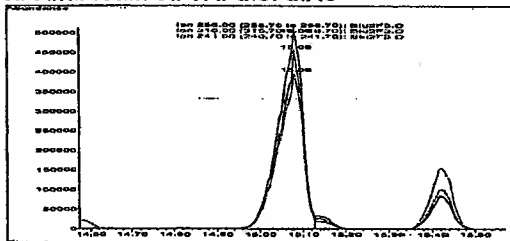
Etiocholanolone AC



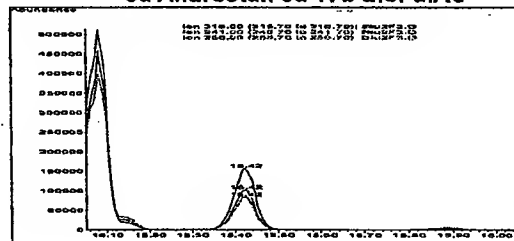
Androsterone AC



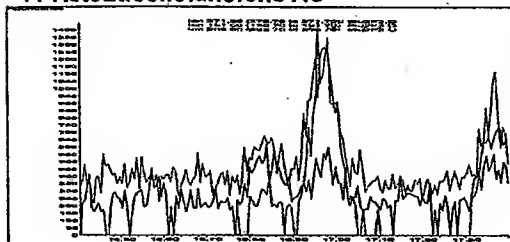
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



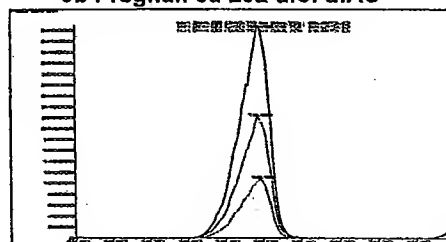
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC

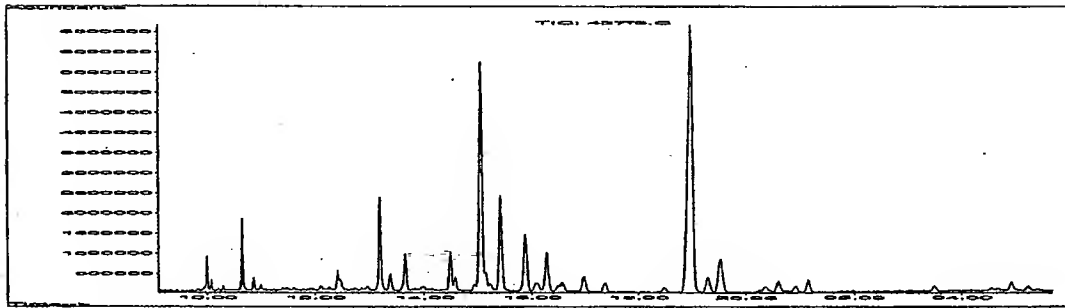


5b Pregnan 3a 20a diol dIAC





Data File Name 427f3.D  
 Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\2004\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/20/2007 18:30  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825427 F3  
 Vial Number 10  
 Misc Info A 825427 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	1,974,918
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.06	1.413	256	9,519,724
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.446	316	4,768,497
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.01	1.784	284	23,785,775

**M2 signal**

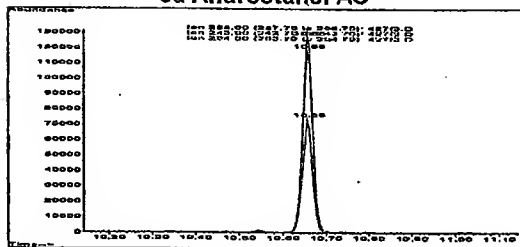
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,172,729	110.0
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	7,974,962	83.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,192,489	66.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,723,438	57.7

**M3 signal**

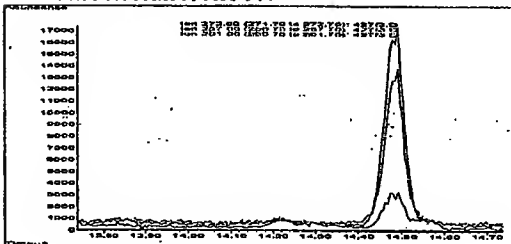
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,184,386	60.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	7,482,863	78.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,614,819	54.8
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	6,476,230	27.2

44

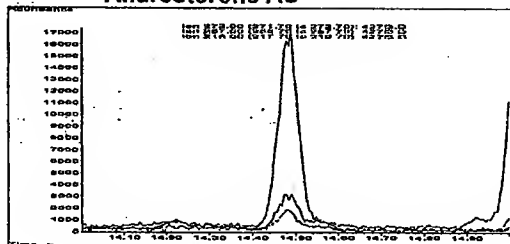
5a Androstanol AC



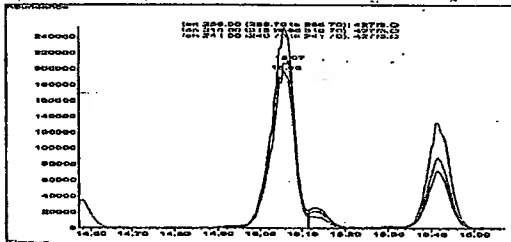
Etiocholanolone AC



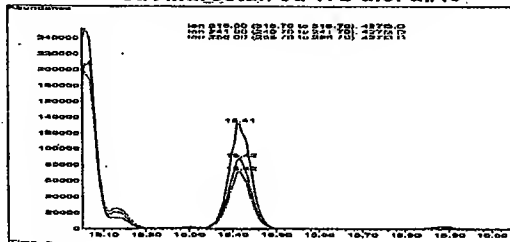
Androsterone AC



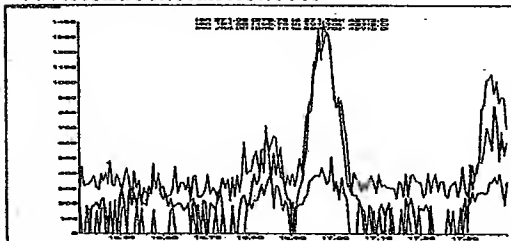
5b Androstan 3a 17b diol diAC



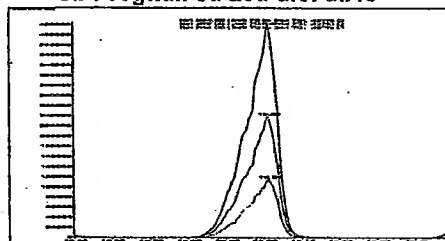
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1
		<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS</b>

Appareil : 115022

Date : 20/4/17

### 1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD	Ion 69 ou 219 majoritaire	Oui	Non	Code op
	Abondance de l'ion 502 > 3%	✓		20
	18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%	✓		20

Observations :

### 2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	2004 NxAce1	✓		20
Mix	2004 NxAce2	✓		20
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

Observations éventuelles du responsable :

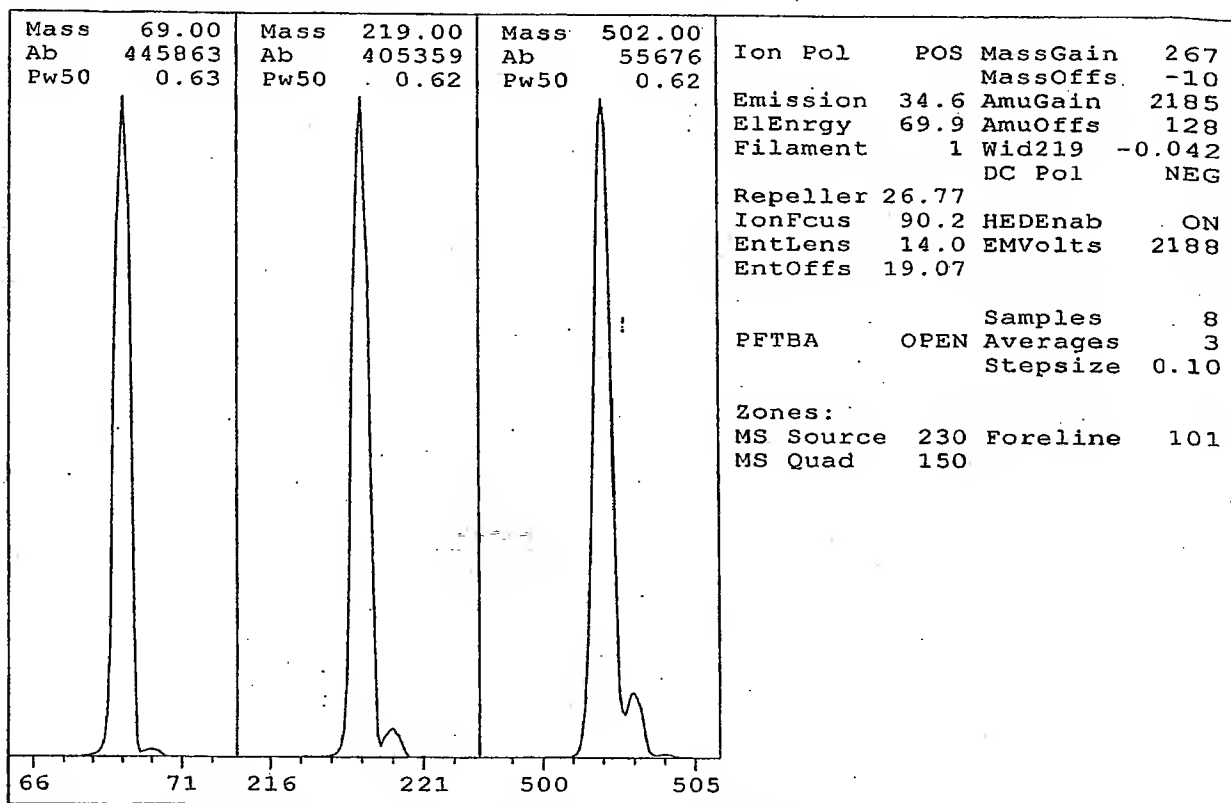
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

46

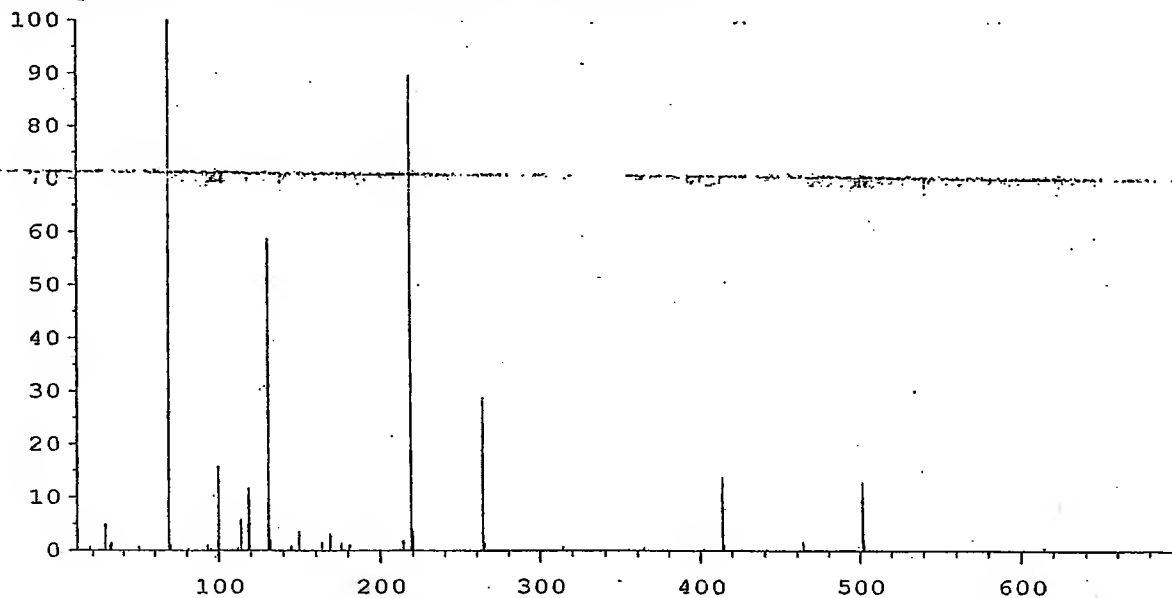
Fri Apr 20 12:24:23 2007  
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
114 peaks Base: 69.00 Abundance: 395008



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	395008	100.00	70.00	4556	1.15
219.00	354880	89.84	220.00	15011	4.23
502.00	51152	12.95	503.00	5179	10.12

47

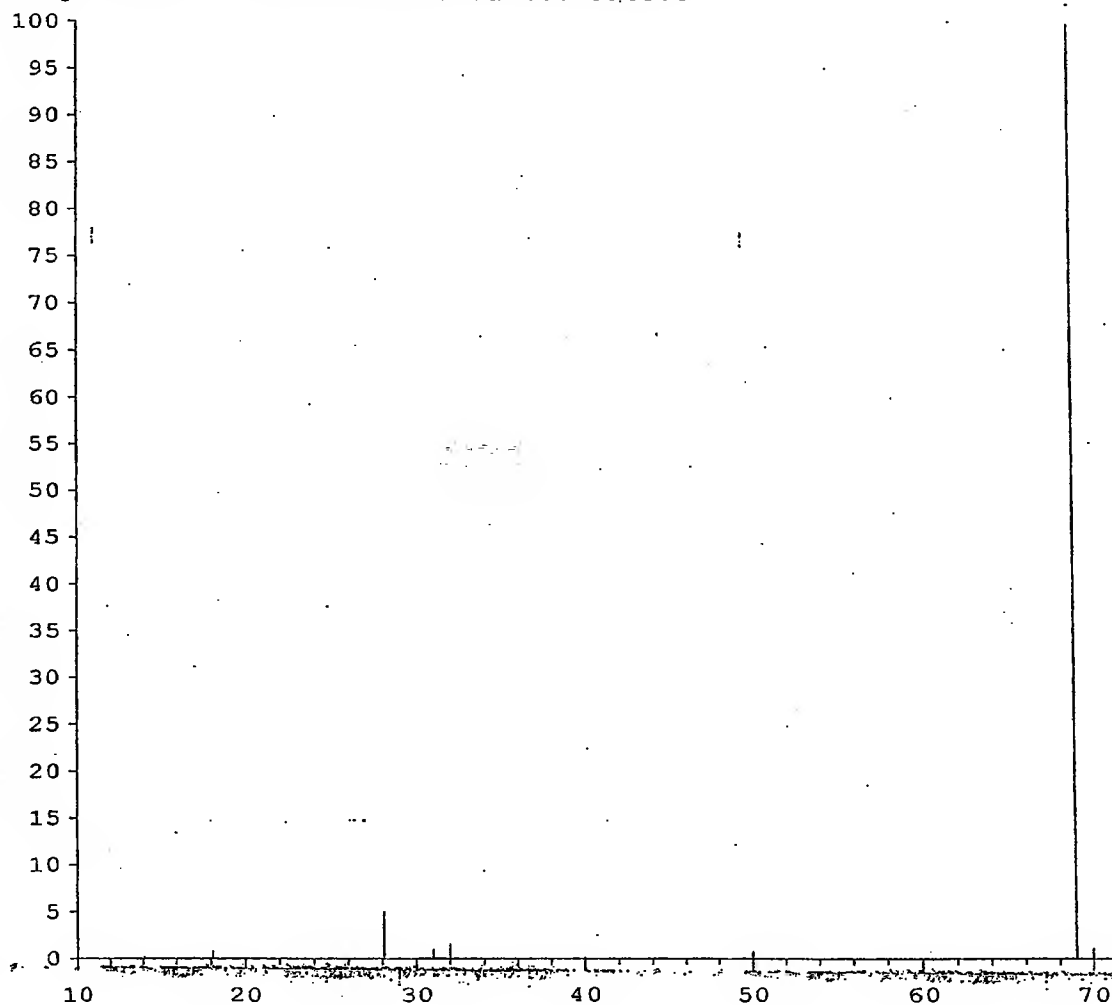
# 5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Fri Apr 20 12:25:44 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
69 peaks Base: 69.00 Abundance: 396800



Mass	Abund	Rel Abund	Iso	Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	396800	100.00		70.00	4459	1.12
18.10	3098	0.78		19.00	89	2.87
28.10	20032	5.05		29.00	257	1.28

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.78	Water%
28/69 = 5.05	Nitrogen%
32/69 = 1.56	Oxygen%
44/69 = 0.11	Carbon Dioxide%
28/18 = 646.61	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-09 Version : B Date : 20/09/2006 1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS		

Echantillon :

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

Tolérances sur le tr et le trr : +/- 1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu ) de variation  
25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)  
< 25% +/- 5% (en absolu )

Calcul des abondances en : Tabulation:  Surface:  Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,69	10,66	10,66	10,66
Fichier	2004MixAc01	427f1	427f2	427f3

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,98	1,589	100	84,9	58,2	16,94	1,590	100	87,6	59,2
Tolérance basse	16,81	1,573		74,9	48,2					
Tolérance haute	17,15	1,605		94,9	68,2					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,30	1,339	100	65,2	41,4	14,33	1,344	100	63,2	39,4
Tolérance basse	14,16	1,326		55,2	33,1					
Tolérance haute	14,44	1,352		75,2	49,7					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée : Androstérone AC

Fichier : 427f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,57	1,364	100	43,9	31,8	14,61	1,370	100	42,9	30,6
Tolérance basse	14,42	1,350		35,1	25,4					
Tolérance haute	14,72	1,378		52,7	38,2					

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Concordance des Tr : oui ☒ non ☐  
Concordance des Trr : oui ☒ non ☐  
Concordance globale des abondances relatives : oui ☒ non ☐

Substance caractérisée : 5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier : 427f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,13	1,416	100	87,2	78,8	15,06	1,413	100	83,8	78,6
Tolérance basse	14,98	1,402		77,2	68,8					
Tolérance haute	15,28	1,430		97,2	88,8					

Concordance des Tr : oui ☒ non ☐  
Concordance des Trr : oui ☒ non ☐  
Concordance globale des abondances relatives : oui ☒ non ☐

Substance caractérisée : 5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier : 427f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,51	1,451	100	62,7	51,9	15,41	1,446	100	66,9	54,8
Tolérance basse	15,35	1,436		52,7	41,9					
Tolérance haute	15,67	1,466		72,7	61,9					

Concordance des Tr : oui ☒ non ☐  
Concordance des Trr : oui ☒ non ☐  
Concordance globale des abondances relatives : oui ☒ non ☐

Substance caractérisée : 5b Prégnane-3a,20a-diol diAC

Fichier : 427f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,05	1,783	100	58,0	26,7	19,01	1,784	100	57,7	27,2
Tolérance basse	18,86	1,765		48,0	21,4					
Tolérance haute	19,24	1,801		68,0	32,0					

Concordance des Tr : oui ☒ non ☐  
Concordance des Trr : oui ☒ non ☐  
Concordance globale des abondances relatives : oui ☒ non ☐

50







LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1/2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

### COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

### INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le 28 OCT. 2005

### CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	Ajuster le SI à environ 870s
Pression constante:	

### INTERFACE

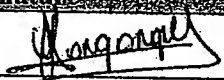
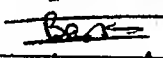

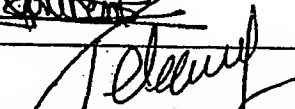
Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

### CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

#### EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		<b>COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE</b>

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est **URGENTE** et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s) : **n°AN-41 (Vers.B)**

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, date de début d'application : ..... date de fin d'application:

☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des)doc.concerné(s))

date de début d'application:....**15.01.07**

Modification apportée :

**CONFIDENTIEL**

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions SN au niveau de la programmation de l'acquisition (n°AN41B pour l'instrument) :

100 RG open	2430 RG close
130 RG close	2460 RG open
160 RG open	2490 RG close
190 RG close	2510 RG open
220 RG open	
250 RG close	
750 HS close	
1150 HS open	
1300 HS close	
2000 HS open	

**ASSURANCE QUALITÉ**  
a f l d  
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

*[Signature]*

Identification par un NUMERO. **95**  
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Masslynx - Sample List

Page 1

Sample List: C:\Masslynx Projects\control2007.PRO\SampleDB\2104.spl  
Printed: Sat Apr 21 19:33:02 2007

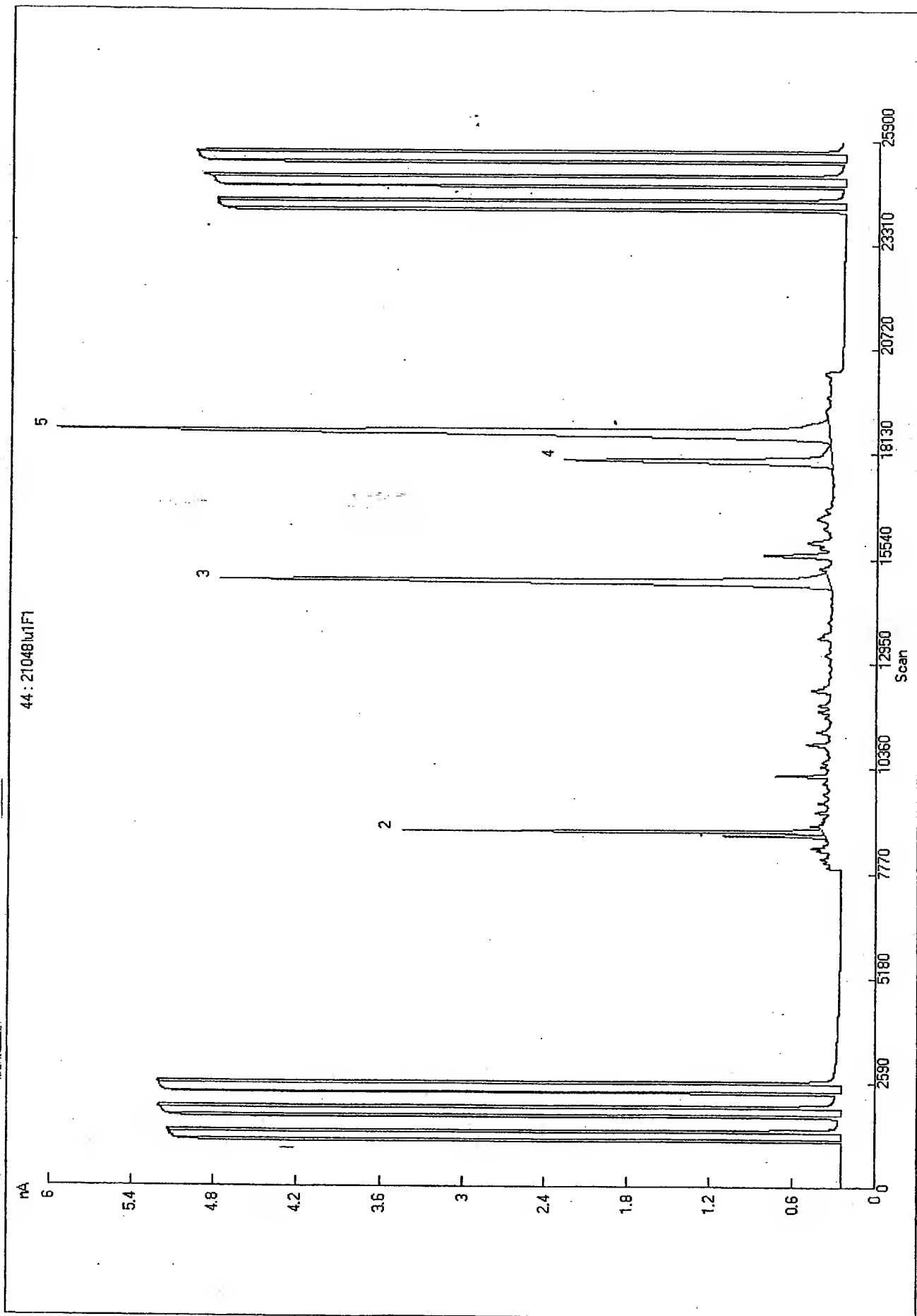
Page Position: (1, 1)

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 2104stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
2 2104stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
3 2104stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
4 2104MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
5 2104MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
6 2104MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
7 2104MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	--
8 2104BlutF3	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	--
9 210427F3	A 825427 Fraction 3/35uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	--
10 2104BlutF2	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/750uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	--
11 210427F2	A 825427 Fraction 2/600uL	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	--
12 2104BlutF1	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/60uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	--
13 210427F1	A 825427 Fraction 1/60uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	--
14 2104BlutF3	Blanc urinaire 2 pool 4 F3/35uL	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	--
15 2104865F3	A 993865 F3/15uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	--
16 2104BlutF2	Blanc urinaire 2 pool 4 F2/750uL	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	--
17 2104865F2	A 993865 F2/85uL	M-AN41	M-AN41	12	20.000	IsoPrimeDP	--
18 2104BlutF1	Blanc urinaire 2 pool 4 F1/80uL	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	--
19 2104865F1	A 993865 F1/55uL	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	--
20 2104MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	--

séquence vérifiée par : 18/49

Remarques : .....

.....



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104Blut1F1.raw	Acquisition Date: 21/4/07 15:50
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 20
Line: 12	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/60uL	

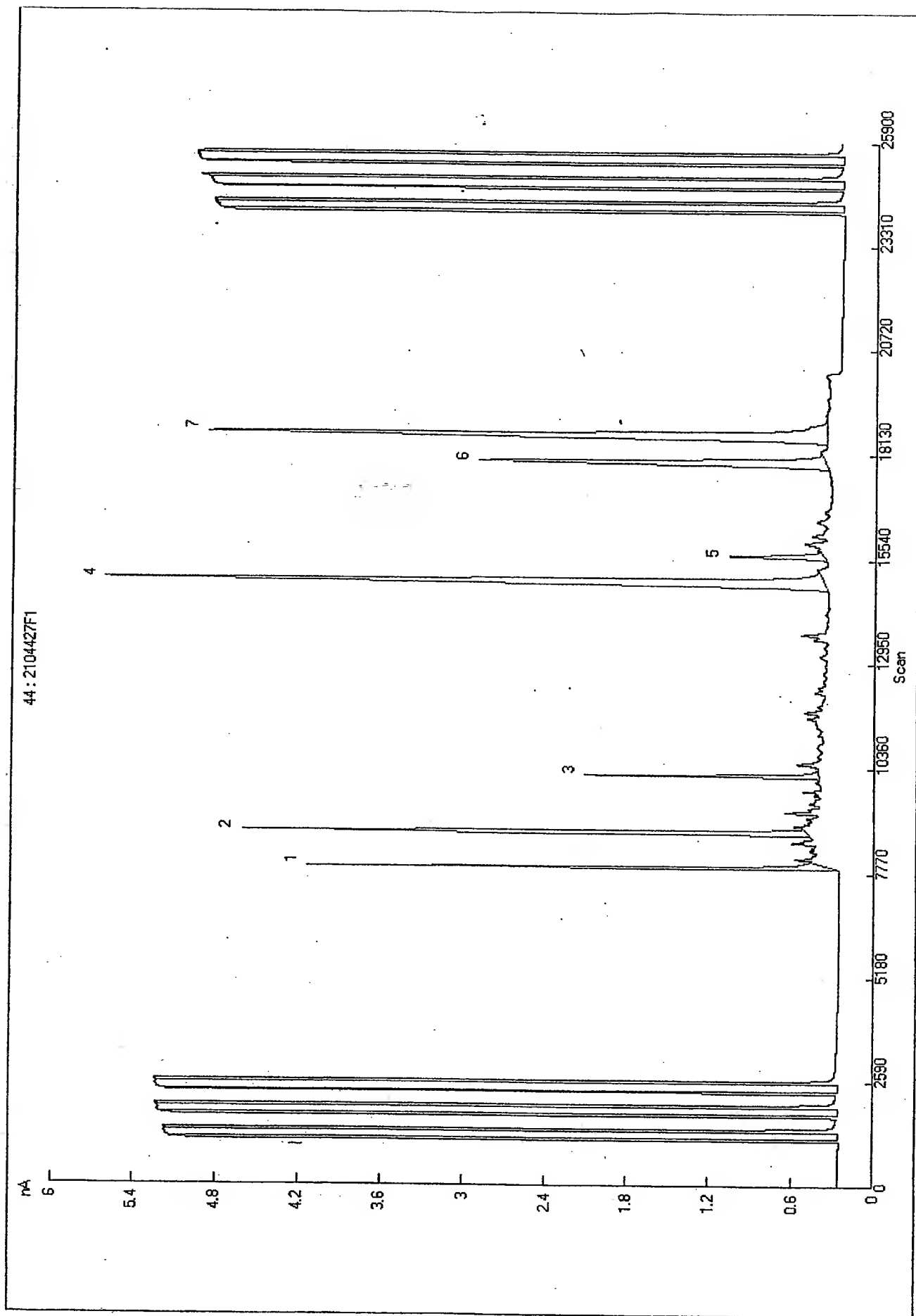
Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -36.3	
Ratio 2: 18O      -20	
Molecular delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -34.83	
Ratio 2: 18O      -20.06	
	wrt: PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.88	127.5	1.1684E-02	3.8073E-03
2	4.92	187.3	1.1684E-02	3.8066E-03
3	4.93	247.3	1.1684E-02	3.8063E-03
9	4.55	2427.3	1.1681E-02	3.8121E-03
10	4.58	2487.2	1.1681E-02	3.8129E-03
11	4.70	2547.2	1.1680E-02	3.8131E-03

Mean: 1.1682E-02    3.8097E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.15

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	869.8	0.75	3.6637E-09	1.1676E-02	-0.80	-35.99	3.7026E-03	-27.82	-47.29	-17.88
2	880.0	0.39	1.4678E-08	1.1732E-02	4.26	-30.99	3.7027E-03	-27.79	-47.28	-17.87
3	1502.3	0.51	5.2327E-08	1.1800E-02	10.14	-24.90	3.7007E-03	-28.72	-48.20	-18.83
4	1798.1	1.94	2.3583E-08	1.1788E-02	9.12	-25.95	3.7024E-03	-28.48	-47.94	-18.56
5	1870.5	5.61	8.2476E-08	1.1800E-02	10.17	-24.88	3.7032E-03	-28.30	-47.78	-18.40





# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104427F1.raw	Acquisition Date: 21/4/07 16:34
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 20
Line: 13	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825427 Fraction 1/60uL	

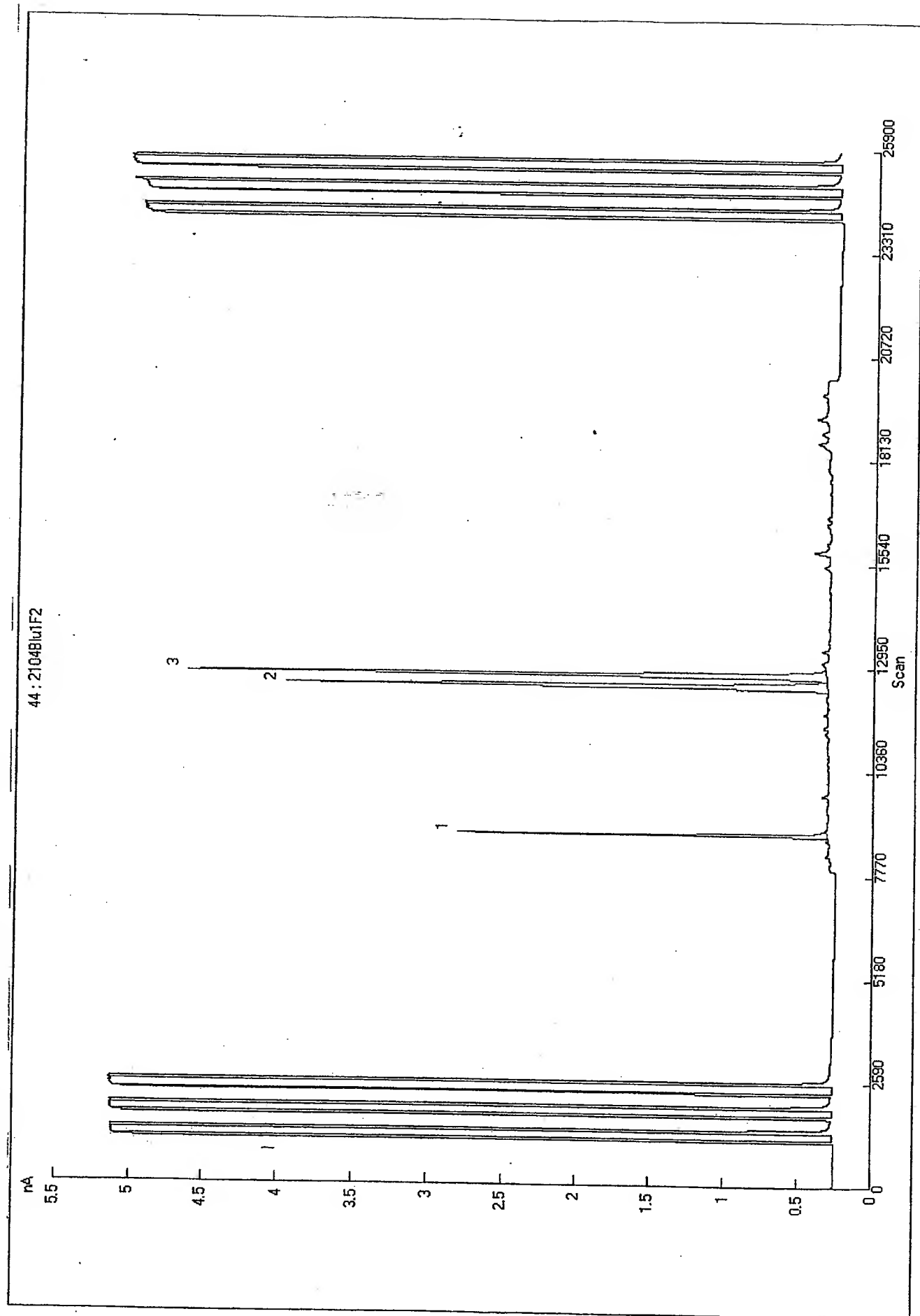
Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	Label:      Value:      wrt:
Ratio 1: 13C      -36.3	delta 45      -34.63      PDB
Ratio 2: 18O      -20	delta 46      -20.08      PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.89	127.5	1.1680E-02	3.8113E-03
2	4.98	187.3	1.1680E-02	3.8101E-03
3	4.97	247.4	1.1680E-02	3.8094E-03
11	4.56	2427.3	1.1680E-02	3.8123E-03
12	4.61	2487.2	1.1680E-02	3.8129E-03
13	4.71	2547.3	1.1679E-02	3.8136E-03

Mean: 1.1880E-02      3.8116E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03      0.22

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	781.9	3.82	1.7712E-08	1.1619E-02	-5.27	-40.78	3.7026E-03	-28.43	-47.88	-18.50
2	880.4	3.82	3.0917E-08	1.1731E-02	4.40	-30.82	3.7030E-03	-28.35	-47.83	-18.44
3	1020.0	1.71	9.6830E-09	1.1688E-02	0.67	-34.66	3.7013E-03	-28.84	-48.29	-18.92
4	1504.7	3.52	6.7573E-08	1.1824E-02	12.37	-22.60	3.7026E-03	-28.64	-48.12	-18.75
5	1564.1	0.69	5.9858E-09	1.1824E-02	12.32	-22.63	3.8997E-03	-28.43	-48.90	-19.55
6	1799.2	2.53	3.2054E-08	1.1811E-02	11.21	-23.78	3.7010E-03	-29.16	-48.63	-19.27
7	1866.5	4.51	6.1538E-08	1.1827E-02	12.60	-22.35	3.7018E-03	-28.95	-48.43	-19.07



6c

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104BU1F2.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2104.spl  
Line: 10  
MS file: M-AN41  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN41  
Sample ID:  
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/750uL

Acquisition Date: 21/4/07 13:42  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 20  
Bottle:  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2                      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

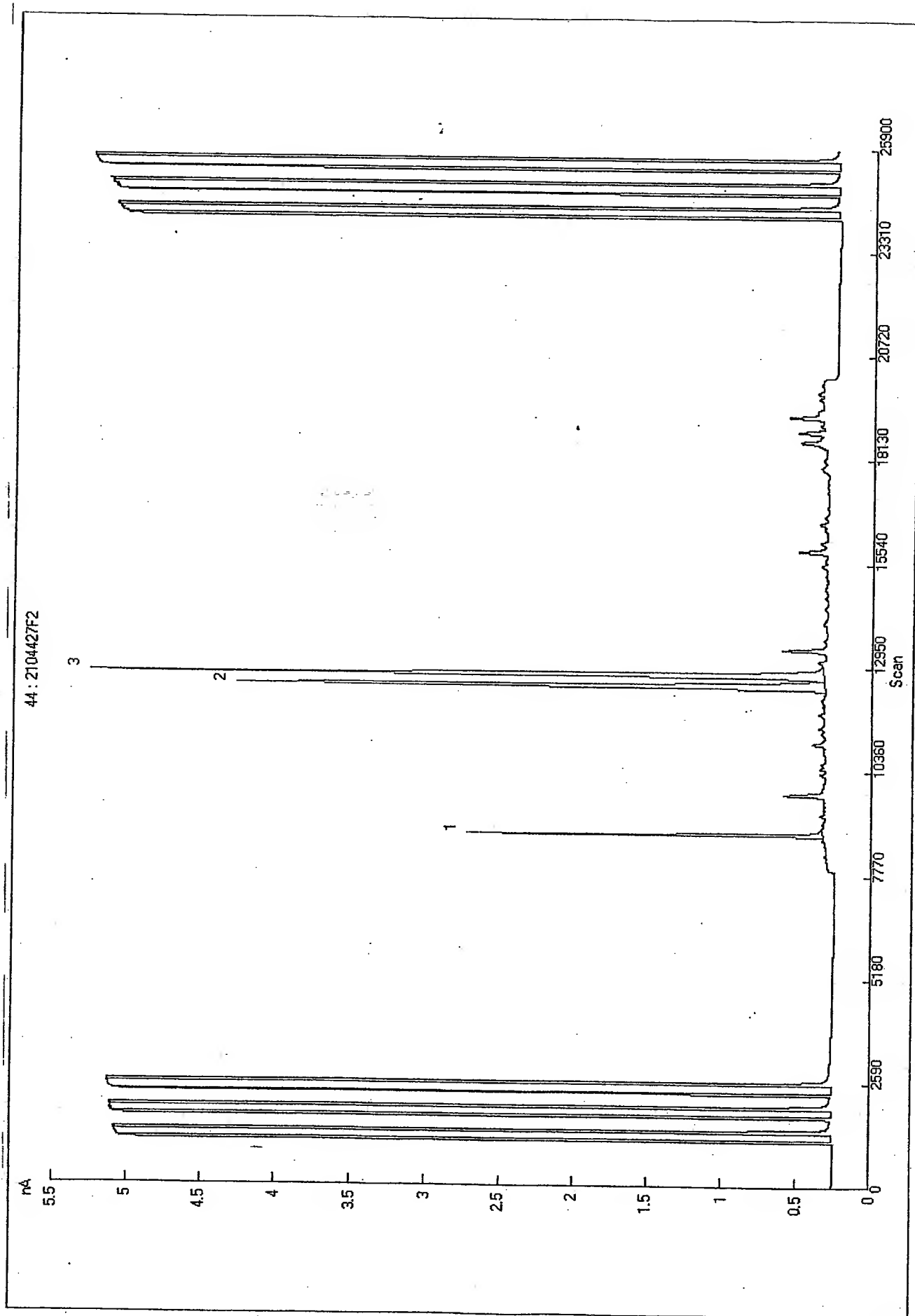
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	127.5	1.1680E-02	3.8125E-03
2	4.87	187.4	1.1680E-02	3.8117E-03
3	4.87	247.4	1.1680E-02	3.8111E-03
7	4.70	2427.4	1.1681E-02	3.8123E-03
8	4.70	2487.3	1.1680E-02	3.8126E-03
9	4.78	2547.3	1.1680E-02	3.8130E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8122E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.16

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.5	4.86	1.1635E-08	1.1736E-02	4.76	-30.42	3.7002E-03	-29.34	-48.79	-19.44
2	187.4	4.87	3.0484E-08	1.1791E-02	9.47	-25.55	3.7023E-03	-28.83	-48.30	-18.93
3	247.4	4.87	3.3308E-08	1.1801E-02	10.32	-24.71	3.7030E-03	-28.85	-48.13	-18.76

61



62

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104427F2.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2104.spl  
Line: 11  
MS file: M-AN41  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN41  
Sample ID:  
Description: A 825427 Fraction 2/600uL

Acquisition Date: 21/4/07 14:27  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 20  
Bottle:  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

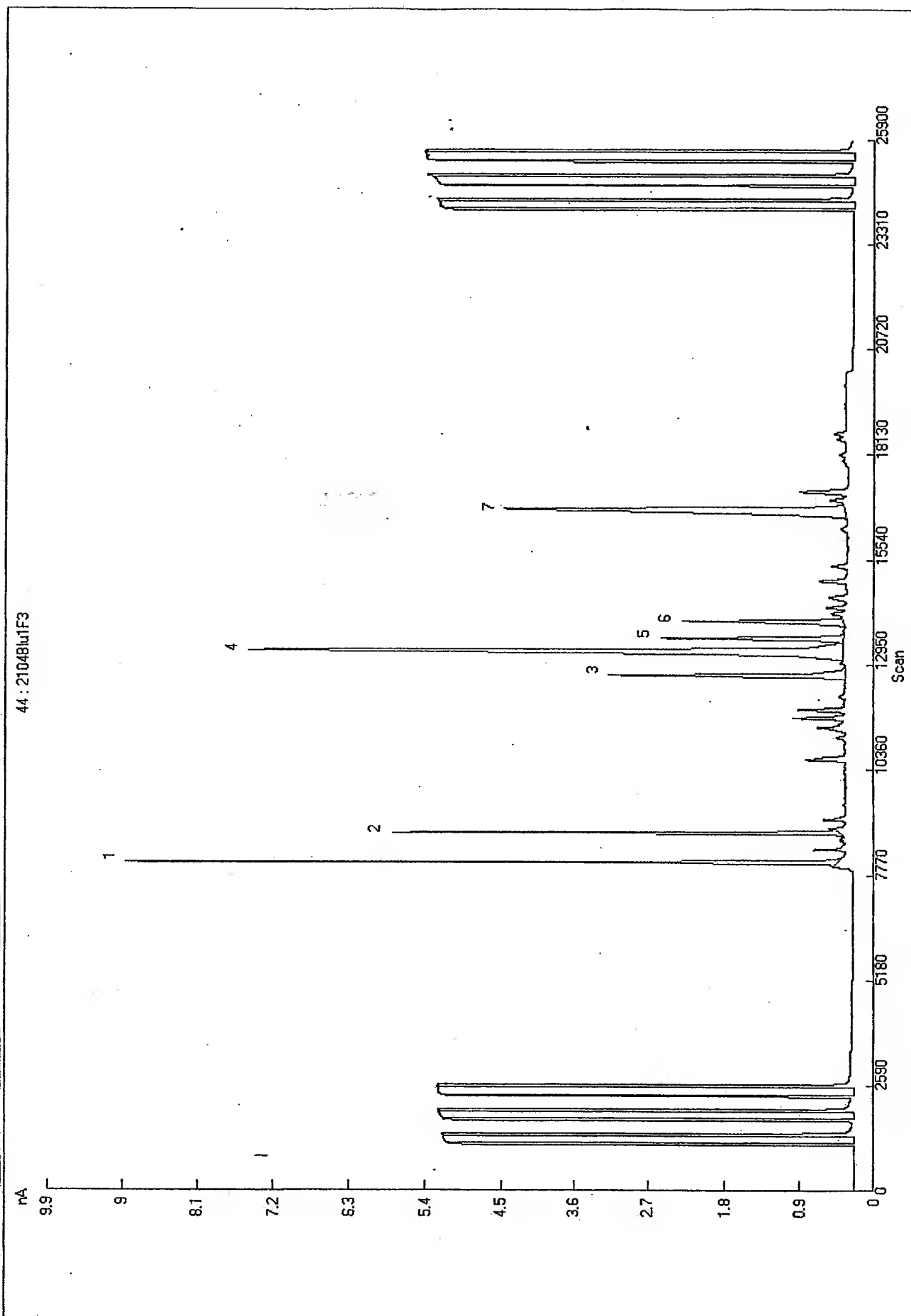
Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2                      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:		Molecular delta	
Ratio 1: 13C	-36.3	Label:	Value:	wrt:	
		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.81	127.5	1.1680E-02	3.8127E-03
2	4.85	187.3	1.1680E-02	3.8119E-03
3	4.88	247.4	1.1680E-02	3.8111E-03
7	4.84	2427.6	1.1881E-02	3.8124E-03
8	4.87	2487.5	1.1881E-02	3.8124E-03
9	4.99	2547.5	1.1681E-02	3.8128E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8122E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.16

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.5	4.81	1.1186E-08	1.1734E-02	4.60	-30.52	3.7037E-03	-28.43	-47.90	-18.51
2	187.3	4.85	3.4379E-08	1.1815E-02	11.55	-23.45	3.7027E-03	-28.71	-48.19	-18.82
3	247.4	4.88	4.0305E-08	1.1825E-02	12.37	-22.60	3.7033E-03	-28.56	-48.04	-18.66



61

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104Blu1F3.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2104.spl  
Line: 8  
MS file: M-AN41  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN41  
Sample ID:  
Description: Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL

Acquisition Date: 21/4/07 12:13  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 30  
Bottle:  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta		Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45		delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2: 18O	-20	delta 46		delta 46	-20.08	PDB

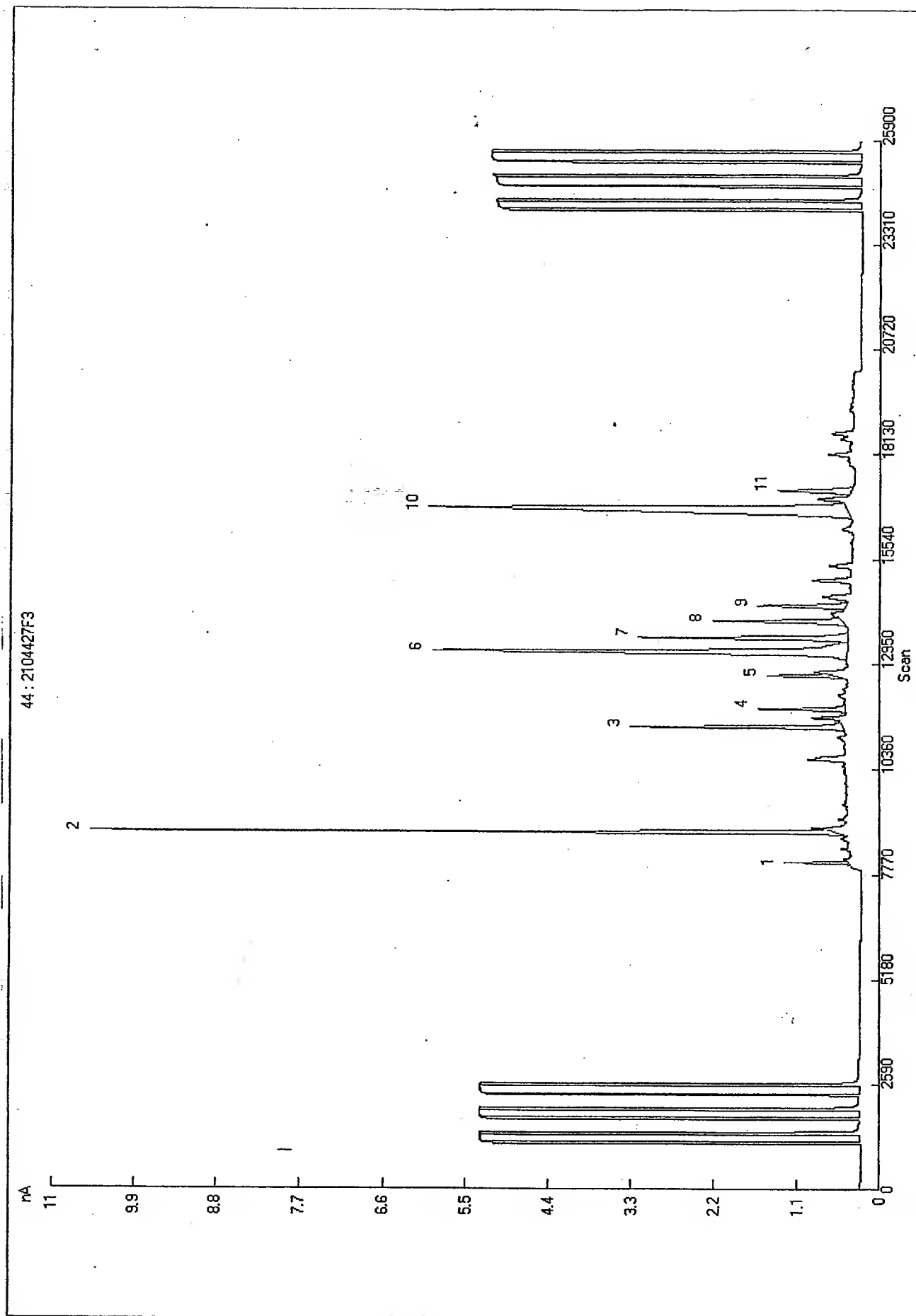
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.94	127.6	1.1683E-02	3.8087E-03
2	4.98	187.4	1.1683E-02	3.8085E-03
3	5.00	247.4	1.1683E-02	3.8078E-03
11	4.99	2427.7	1.1682E-02	3.8114E-03
12	5.04	2487.8	1.1682E-02	3.8117E-03
13	5.16	2547.8	1.1682E-02	3.8115E-03

Mean: 1.1683E-02    3.8099E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.10

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	809.3	8.51	3.7992E-08	1.1798E-02	9.88	-25.22	3.7036E-03	-27.74	-47.23	-17.83
2	881.8	5.38	2.5815E-08	1.1736E-02	4.55	-30.68	3.7028E-03	-27.96	-47.44	-18.04
3	1268.9	2.82	2.1669E-08	1.1766E-02	7.13	-28.00	3.7014E-03	-28.48	-47.95	-18.57
4	1331.0	4.42	7.9932E-08	1.1771E-02	7.56	-27.52	3.7020E-03	-28.34	-47.82	-18.44
5	1360.9	2.48	1.6327E-08	1.1763E-02	6.88	-28.26	3.7011E-03	-28.59	-48.06	-18.68
6	1402.5	1.93	1.5031E-08	1.1772E-02	7.84	-27.47	3.7005E-03	-28.74	-48.21	-18.84
7	1679.4	3.40	5.3042E-08	1.1780E-02	8.36	-26.74	3.7024E-03	-28.34	-47.82	-18.44

65



66



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104427F3.raw	Acquisition Date: 21/4/07 12:58
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 30
Line: 9	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825427 Fraction 3/35uL	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -36.3	delta 45      -34.83      PDB
Ratio 2: 18O      -20	delta 46      -20.08      PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.06	127.7	1.1681E-02	3.8119E-03
2	5.06	167.5	1.1681E-02	3.8111E-03
3	5.05	247.5	1.1681E-02	3.8106E-03
15	4.84	2427.5	1.1681E-02	3.8113E-03
16	4.87	2487.4	1.1681E-02	3.8120E-03
17	4.94	2547.4	1.1680E-02	3.8122E-03

Mean: 1.1681E-02      3.8115E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03      0.16

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	807.2	0.85	3.6353E-08	1.1792E-02	8.51	-25.55	3.7024E-03	-28.59	-48.06	-18.69
2	882.8	0.87	4.8904E-08	1.1736E-02	4.73	-30.74	3.7014E-03	-28.86	-48.33	-18.96
3	1141.6	2.81	1.8103E-08	1.1785E-02	8.90	-26.17	3.7010E-03	-28.99	-48.46	-19.09
4	1185.4	1.15	7.5002E-09	1.1776E-02	8.16	-26.92	3.7004E-03	-29.13	-48.60	-19.24
5	1288.5	0.88	5.2298E-08	1.1772E-02	7.83	-27.25	3.6991E-03	-29.49	-48.94	-19.59
6	1327.8	0.55	5.9549E-08	1.1784E-02	8.86	-26.22	3.7021E-03	-28.71	-48.18	-18.81
7	1380.8	2.28	2.1217E-08	1.1781E-02	8.56	-26.52	3.7018E-03	-28.83	-48.30	-18.93
8	1401.8	1.71	1.3279E-08	1.1781E-02	8.60	-26.47	3.7009E-03	-29.03	-48.50	-19.14
9	1439.0	1.18	8.7725E-09	1.1733E-02	4.41	-30.79	3.7012E-03	-28.96	-48.42	-19.05
10	1593.5	0.53	8.1563E-08	1.1799E-02	10.07	-23.98	3.7025E-03	-28.63	-48.11	-18.74
11	1724.1	0.98	8.8219E-08	1.1798E-02	10.03	-26.01	3.7019E-03	-28.80	-48.27	-18.80

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : A 825422 ..... A 993865 .....

Numéro d'identification de l'appareil : ISOLINE 2 .....

Instruction de confirmation : CONF 31 .....

### 1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tune conforme : oui ☒ non ☐

### 2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  %

Stabilité conforme : oui ☒ non ☐

### 3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 98 .....

Valeurs obtenues (‰) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32.76	-28.23	-32.11	-31.24
Ecart-type	0.04	0.06	0.07	0.17

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  ‰

Précision conforme : oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

#### 4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....001C.....

Valeurs obtenues (%):

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
<u>21417</u> <u>001C</u> <u>Acétate</u>	-30.64	-19.99	-33.73	-16.18
<u>21417</u> <u>001C</u> <u>Acétate</u> <u>2</u>	-30.75	-19.84	-33.57	-16.47

Intervall de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes :      oui ☒      non ☐

Résultats : CONFORME / NON CONFORME  
Rayer la mention inutile

Observations:

#### Validation

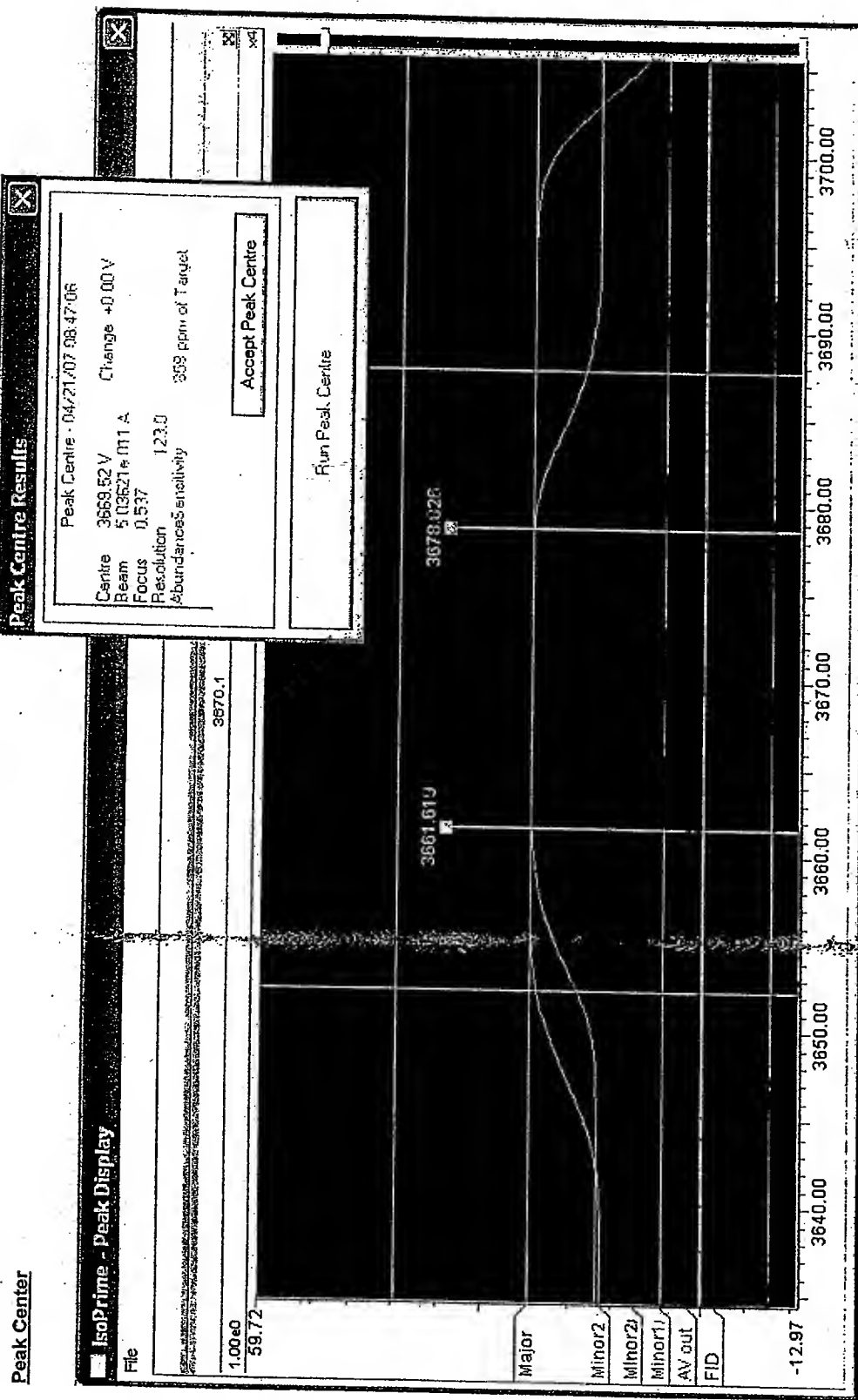
Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
22/4/7	<u>Ref</u>	22/04/07	10 <u>[Signature]</u>

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné  
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

69

21/04/2007

Peak Center



40

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104stabilite1.raw	Acquisition Date: 21/4/07 8:48
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: J8 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.36	37.0	1.1684E-02	3.8124E-03
2	4.35	96.9	1.1684E-02	3.8120E-03
3	4.35	158.9	1.1684E-02	3.8118E-03
4	4.35	216.9	1.1684E-02	3.8112E-03
5	4.36	276.9	1.1684E-02	3.8110E-03
6	4.38	336.9	1.1684E-02	3.8107E-03
7	4.41	396.9	1.1683E-02	3.8096E-03
8	4.46	457.0	1.1684E-02	3.8089E-03
9	4.49	517.0	1.1683E-02	3.8085E-03
10	4.49	577.0	1.1683E-02	3.8088E-03

Mean: 1.1684E-02    3.8105E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.09

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

71

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104stabilite2.raw	Acquisition Date: 21/4/07 8:59
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -36.3	Label:      Value:      wrt:
Ratio 2: 18O      -20	delta 45      -34.63      POB
	delta 46      -20.06      PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.47	37.1	1.1683E-02	3.8086E-03
2	4.45	97.0	1.1683E-02	3.8088E-03
3	4.43	157.0	1.1683E-02	3.8088E-03
4	4.41	217.0	1.1683E-02	3.8088E-03
5	4.40	277.0	1.1682E-02	3.8088E-03
6	4.44	337.0	1.1682E-02	3.8088E-03
7	4.43	397.0	1.1682E-02	3.8087E-03
8	4.45	457.0	1.1682E-02	3.8087E-03
9	4.48	517.0	1.1682E-02	3.8087E-03
10	4.47	577.0	1.1683E-02	3.8086E-03

Mean: 1.1682E-02      3.8087E-03  
Std Dev of fit (%): 0.01      0.03

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

72

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104stabilite3.raw	Acquisition Date: 21/4/07 9:10
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Cr/g	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -36.3	
Ratio 2: 18O      -20	
Molecular delta	
Label:      Value:	
delta 45      -34.83	
delta 48      -20.06	
wrt: PDB	
PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.49	37.1	1.1682E-02	3.8084E-03
2	4.51	97.1	1.1682E-02	3.8085E-03
3	4.53	157.1	1.1682E-02	3.8087E-03
4	4.54	217.1	1.1682E-02	3.8083E-03
5	4.57	277.1	1.1682E-02	3.8083E-03
6	4.59	337.1	1.1682E-02	3.8082E-03
7	4.60	397.1	1.1682E-02	3.8081E-03
8	4.62	457.1	1.1682E-02	3.8080E-03
9	4.63	517.2	1.1682E-02	3.8081E-03
10	4.65	577.2	1.1682E-02	3.8079E-03

Mean: 1.1682E-02      3.8083E-03  
Std Dev of fit (%): 0.01      0.03

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-38B
		Version : A
		Date : 25/01/2006
		1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732  
Longueur : 30 m  
Diamètre interne : 0,25 mm  
Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION : Mode : Split Ratio: 1:20,30 ASSURANCE QUALITE  
Température : 280 °C AB LNDD  
Volume injecté : 2 µl e 18/04/06

CONDITION GC : Température initiale : 100°C pendant 4 min  
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min  
150°C->200°C à 30°C/min  
Température finale : 200 °C pendant 1 min  
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE : Piège à eau: -100°C  
Four à combustion : 850°C  
Ligne de transfert : 350°C

CONFIDENTIEL

CONDITIONS MS : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46  
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s  
à 20s RG open  
à 50s RG close  
à 80s RG open  
à 110s RG close  
à 160 HS close  
à 600s HS open  
à 720s RG open  
à 750s RG close  
à 780s RG open  
à 810s RG open  
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

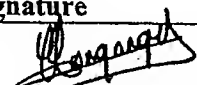
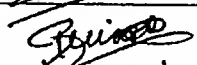

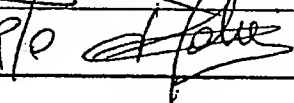
APPLICABLE le

25 JAN. 2006

74



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
<b>ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	25/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

**CONFIDENTIEL**

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalIRMS01.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2104.spl  
Line: 4  
MS file: M-AN38B  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN38b  
Sample ID:  
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 21/4/07 10:17  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 10  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: J8 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:		Value:		Molecular delta		
Ratio 1: 13C		-36.3		Label:      Value:		
Ratio 2: 18O		-20		delta 45      -34.63      wrt: PDB		
				delta 46      -20.06      PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.91	47.6	1.1682E-02	3.8102E-03
2	4.90	107.4	1.1682E-02	3.8102E-03
7	4.89	747.6	1.1682E-02	3.8122E-03
8	4.92	807.4	1.1681E-02	3.8127E-03

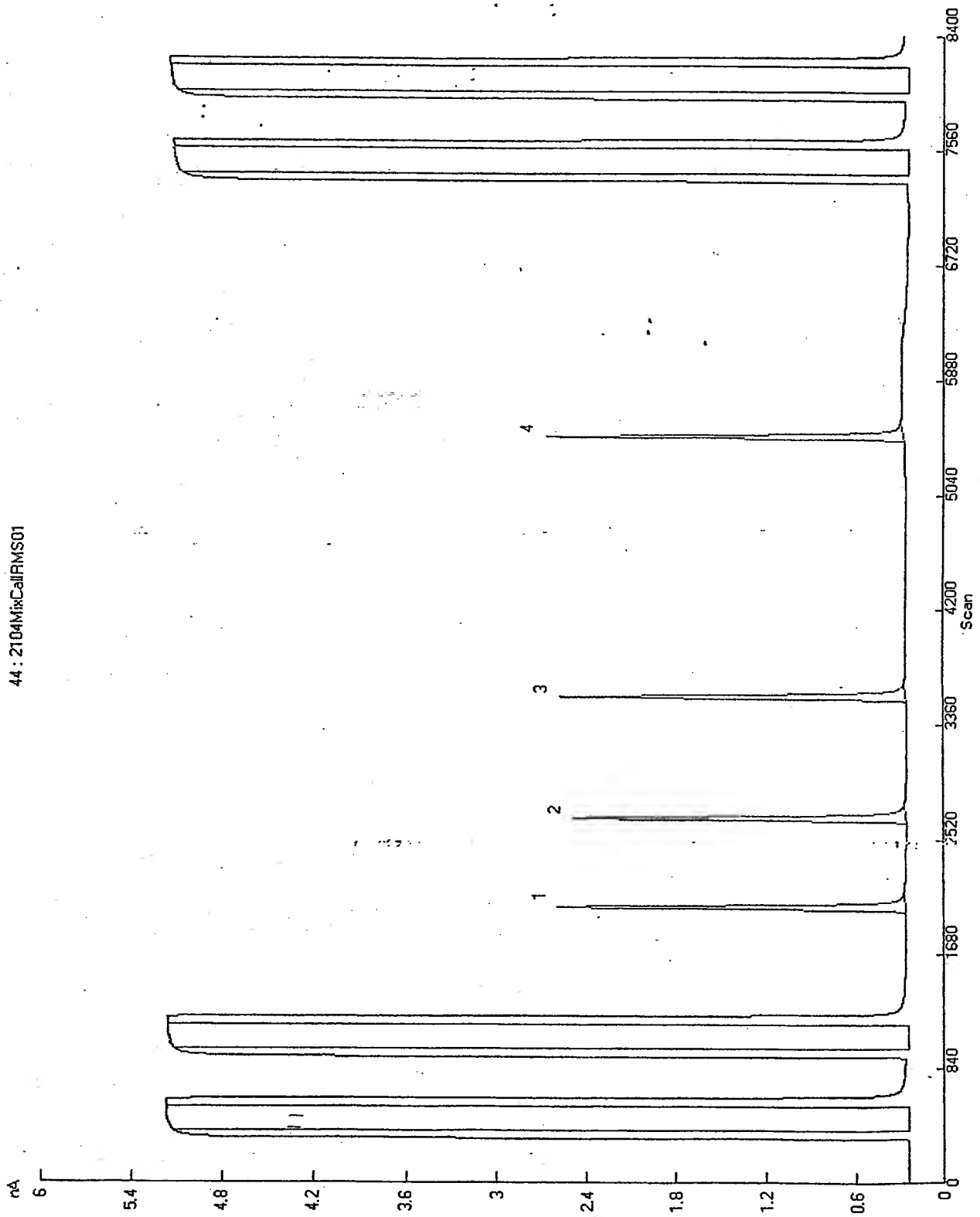
Mean: 1.1682E-02    3.8113E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.04

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.0	2.33	7.4168E-09	1.1711E-02	2.49	-32.79	3.7017E-03	-28.56	-48.03	-18.65
2	267.2	2.23	7.2823E-09	1.1783E-02	6.97	-28.17	3.7018E-03	-28.61	-48.09	-18.71
3	358.5	2.32	7.5162E-09	1.1718E-02	3.11	-32.14	3.7014E-03	-28.77	-48.23	-18.88
4	548.9	2.39	7.2405E-09	1.1726E-02	3.79	-31.43	3.7012E-03	-29.00	-48.46	-19.10

76

44 : 2104MixCalIRMS01



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalIRMS02.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2104.spl  
Line: 5  
MS file: M-AN38B  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN38b  
Sample ID:  
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 21/4/07 10:33  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 10  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: J8 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					!Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Molecular delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.05	47.8	1.1682E-02	3.8098E-03
2	5.07	107.5	1.1682E-02	3.8092E-03
7	4.74	747.5	1.1681E-02	3.8120E-03
8	4.77	807.3	1.1681E-02	3.8124E-03

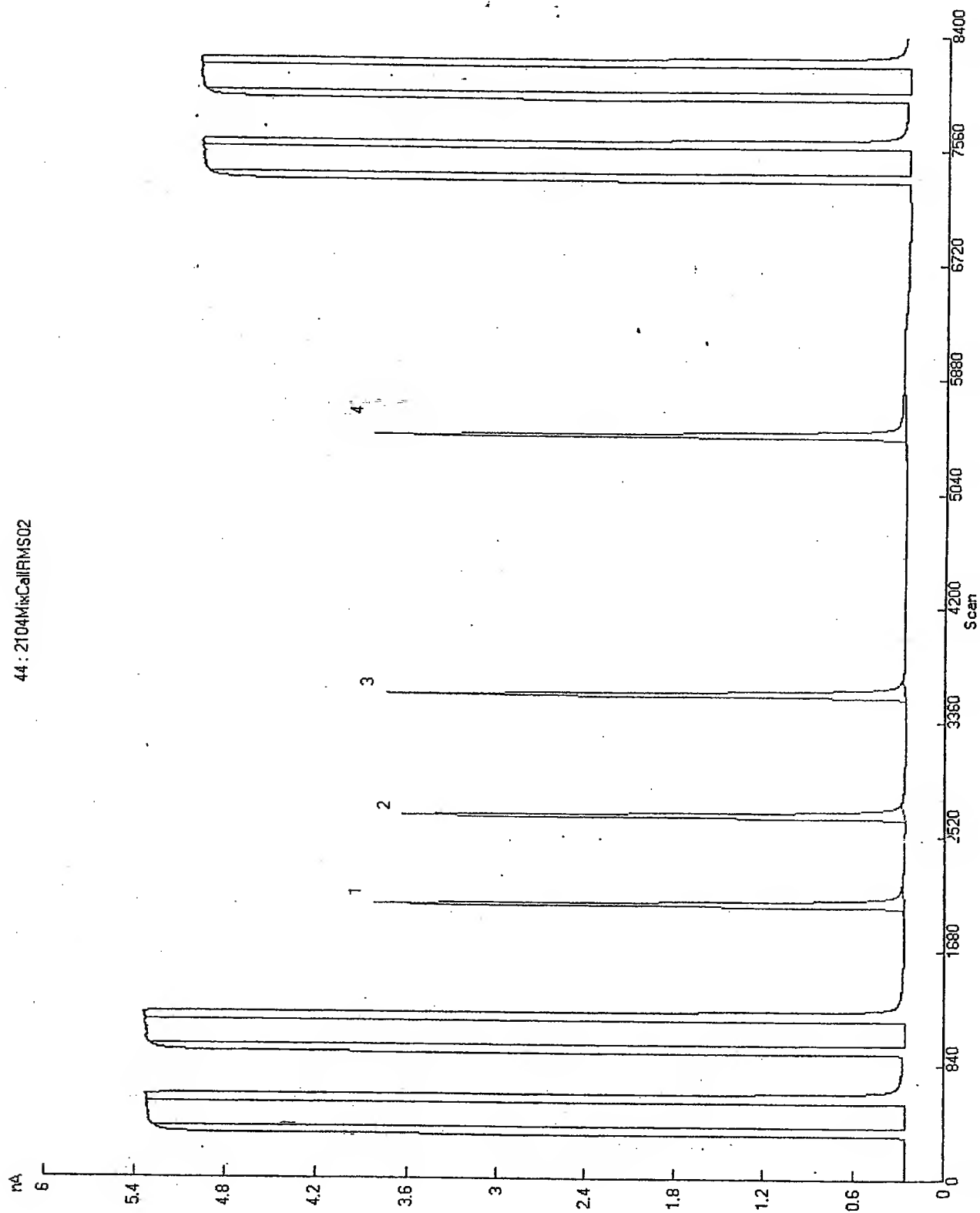
Mean: 1.1681E-02    3.8109E-03  
Std Dev of fit (%): 0.01    0.12

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	3.55	1.1073E-08	1.1712E-02	2.56	-32.72	3.7019E-03	-28.36	-47.83	-18.44
2	267.1	3.37	1.0887E-08	1.1762E-02	6.86	-28.28	3.7011E-03	-28.85	-48.12	-18.75
3	356.6	3.49	1.1353E-08	1.1717E-02	3.08	-32.17	3.7003E-03	-28.94	-48.40	-19.03
4	547.0	3.57	1.1396E-08	1.1729E-02	4.11	-31.11	3.7015E-03	-28.82	-48.28	-18.91

78

44: 2104MxCalIRMS02



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalIRMS03.raw	Acquisition Date: 21/4/07 10:48
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections																			
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None																			
Gas: CO2 Uncalibrated CO2																								
Ratio type: Elemental																								
Deconvolution: Cragg																								
<table><tr><th colspan="2">Elemental delta</th><th colspan="2">Molecular delta</th><th></th></tr><tr><th>Label:</th><th>Value:</th><th>Label:</th><th>Value:</th><th>wrt:</th></tr><tr><td>Ratio 1: 13C</td><td>-36.3</td><td>delta 45</td><td>-34.63</td><td>PDB</td></tr><tr><td>Ratio 2: 18O</td><td>-20</td><td>delta 46</td><td>-20.06</td><td>PDB</td></tr></table>						Elemental delta		Molecular delta			Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06
Elemental delta		Molecular delta																						
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:																				
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB																				
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB																				

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.82	47.5	1.1681E-02	3.8111E-03
2	4.85	107.4	1.1681E-02	3.8104E-03
7	4.93	747.6	1.1681E-02	3.8117E-03
8	4.90	807.4	1.1681E-02	3.8124E-03

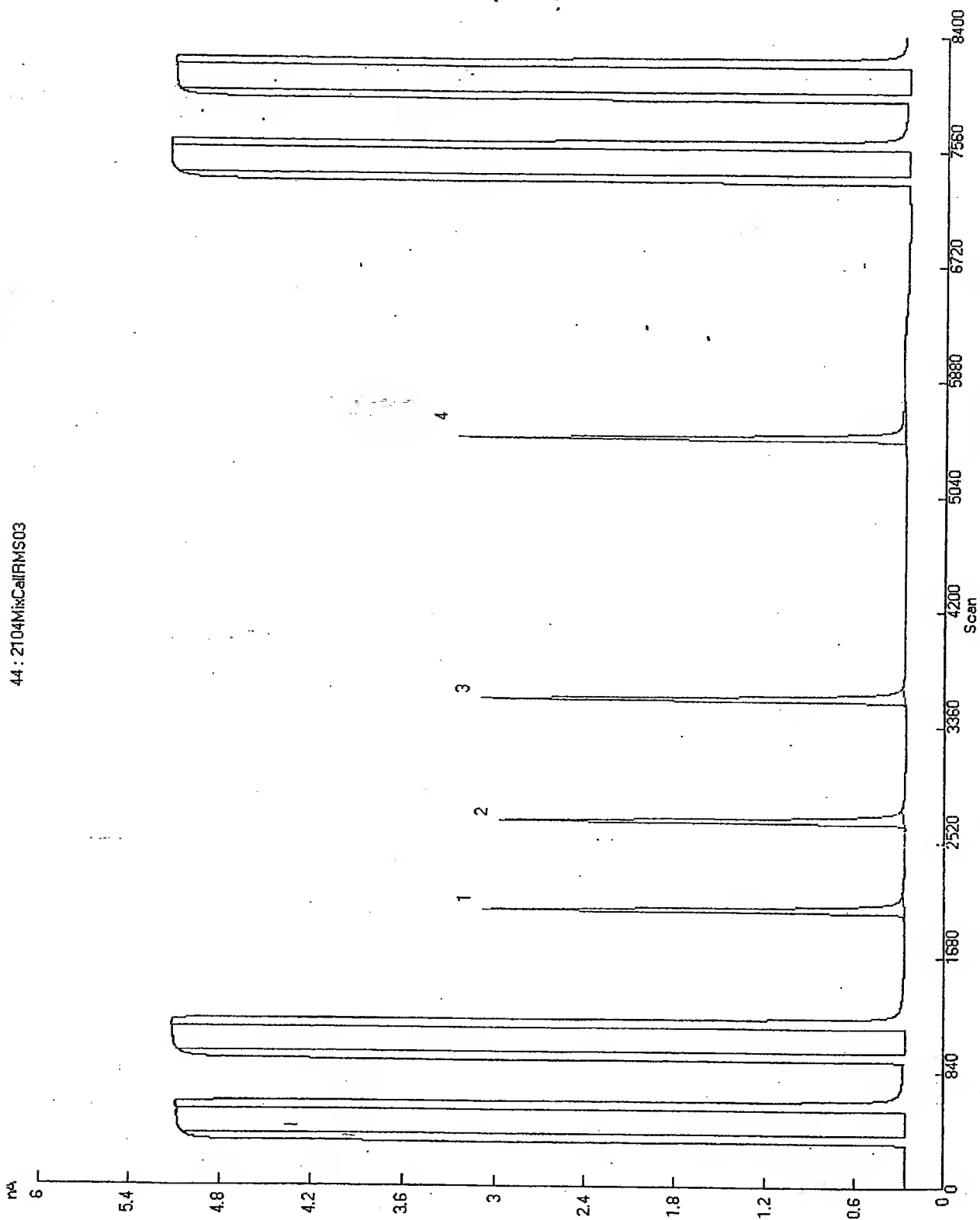
Mean: 1.1681E-02    3.8114E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.13

## Sample Data

Peak No.	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.3	2.82	9.0657E-09	1.1711E-02	2.52	-32.77	3.7031E-03	-28.31	-47.78	-18.40
2	267.4	2.71	8.9007E-09	1.1762E-02	6.80	-28.24	3.7029E-03	-28.39	-47.87	-18.48
3	356.7	2.84	9.2537E-09	1.1719E-02	3.21	-32.03	3.7011E-03	-28.91	-48.36	-19.00
4	546.8	2.99	9.3863E-09	1.1728E-02	4.01	-31.19	3.6999E-03	-29.32	-48.77	-19.42

80

44 : 2104MixCalIRMS03



8,

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 21/4/07 11:08
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Crag					
Elemental delta					
Molecular delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.98	127.7	1.1681E-02	3.8125E-03
2	5.01	187.5	1.1682E-02	3.8115E-03
3	5.07	247.5	1.1682E-02	3.8105E-03
8	4.82	2427.6	1.1681E-02	3.8126E-03
9	4.88	2487.5	1.1681E-02	3.8129E-03
10	4.97	2547.5	1.1681E-02	3.8131E-03

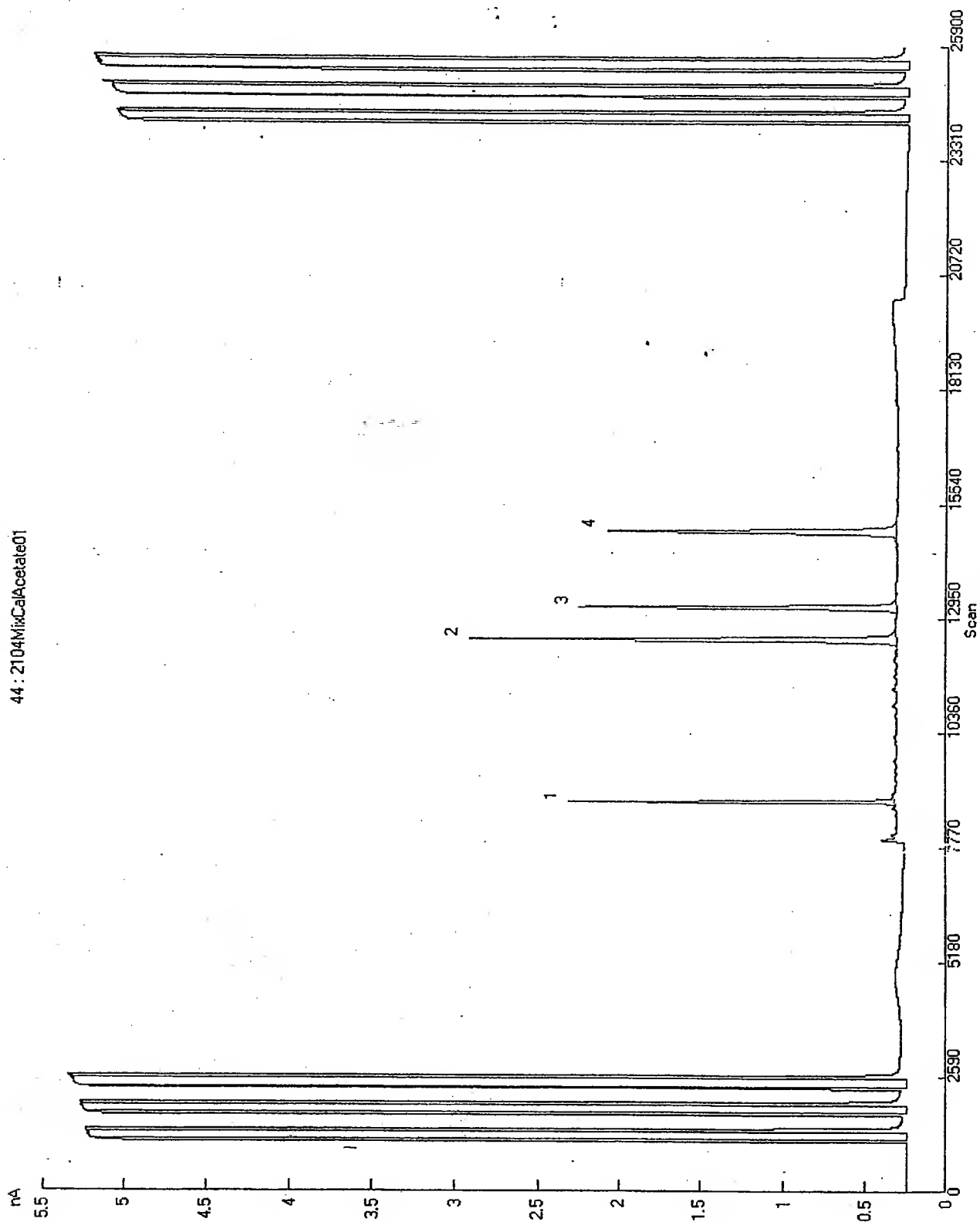
Mean: 1.1681E-02    3.8122E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.19

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.5	2.00	9.3143E-09	1.1735E-02	4.57	-30.64	3.7031E-03	-28.54	-48.00	-18.63
2	1248.7	2.61	1.9166E-08	1.1856E-02	14.91	-19.99	3.7035E-03	-28.49	-47.98	-18.60
3	1321.5	1.95	1.4461E-08	1.1700E-02	1.57	-33.73	3.7030E-03	-28.64	-48.10	-18.72
4	1494.1	1.77	1.6537E-08	1.1899E-02	18.60	-16.18	3.7025E-03	-28.78	-48.28	-18.91



44 : 2104MixCalAcetate01



82

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 21/4/07 22:35
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 20	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cel Acetate 001C	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label:      Value:	Label:      Value:
Ratio 1: 13C      -38.3	delta 45      -34.63      wrt: PDB
Ratio 2: 18O      -20	delta 46      -20.06      PDB

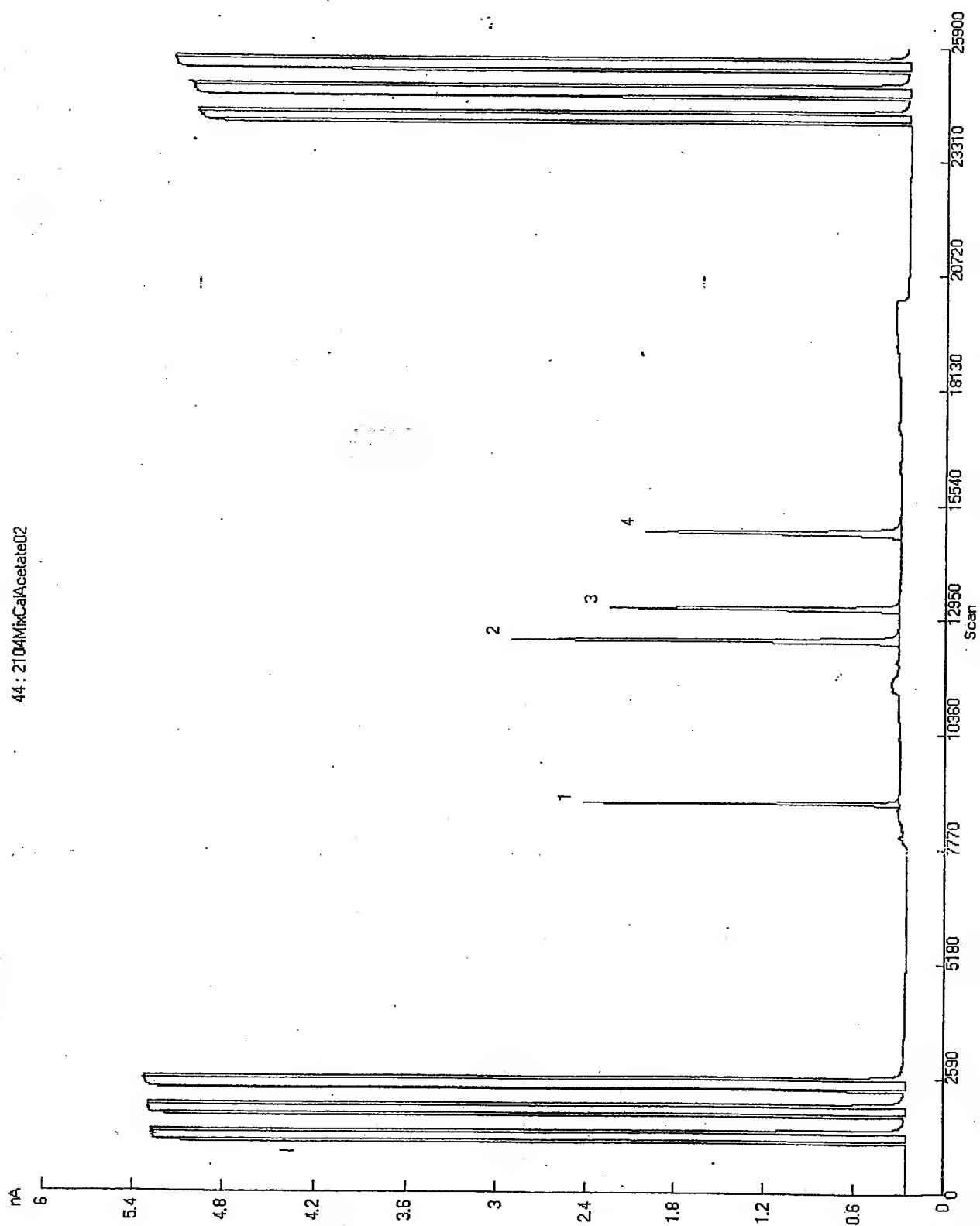
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.99	127.7	1.1679E-02	3.8103E-03
2	5.03	187.5	1.1680E-02	3.8094E-03
3	5.05	247.8	1.1680E-02	3.8084E-03
8	4.73	2427.5	1.1680E-02	3.8102E-03
9	4.77	2487.4	1.1680E-02	3.8106E-03
10	4.90	2547.5	1.1680E-02	3.8109E-03

Mean: 1.1680E-02      3.8100E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02      0.19

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	879.8	2.12	9.7670E-09	1.1732E-02	4.45	-30.76	3.6983E-03	-29.26	-48.72	-19.36
2	1247.5	2.60	1.9343E-08	1.1855E-02	15.04	-19.84	3.6996E-03	-28.97	-48.45	-19.09
3	1320.2	1.94	1.4318E-08	1.1700E-02	1.71	-33.57	3.6991E-03	-29.10	-48.55	-19.19
4	1492.9	1.71	1.5895E-08	1.1894E-02	18.33	-16.45	3.6981E-03	-29.11	-48.60	-19.24

84



85

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon : A 825427 Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 2

Répertoire : 2104 CO et paraphe : 26ef

Valeur isotopique du réactif de dérivation : -52,69

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	2104Blu1F1	2104Blu1F1	2104427F1	2104427F1
tr (s)	881	1502	881	1504
trr	-	1,705	-	1,708
Intensité (nA)	3,1	4,4	4,1	5,2
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,99	-24,90	-30,82	-22,60
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-21,97	-	-19,43

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	2104Blu1F2	2104Blu1F2	2104Blu1F2	2104427F2	2104427F2	2104427F2
tr (s)	880	1250	1277	880	1251	1278
trr	-	1,421	1,452	-	1,421	1,453
Intensité (nA)	2,5	3,7	4,3	2,4	4,0	4,9
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,42	-25,59	-24,71	-30,62	-23,45	-22,60
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-22,74	-21,76	-	-20,37	-19,43

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	2104Blu1F3	2104Blu1F3	2104Blu1F3	2104Blu1F3
tr (s)	882	1331	1361	1679
trr	-	1,509	1,543	1,905
Intensité (nA)	5,4	7,1	2,2	4,1
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,68	-27,57	-28,26	-26,74
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-22,28	-23,12	-21,80

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	2104427F3	2104427F3	2104427F3	2104427F3
tr (s)	883	1328	1361	1684
trr	-	1,504	1,541	1,907
Intensité (nA)	9,9	5,5	2,8	5,5
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,47	-26,22	-26,52	-24,98
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-20,65	-21,01	-19,70

86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	✓	
Etio	-19,56	-26,10	✓	
Andro	-18,43	-25,02	✓	
5β Adiol	-18,55	-26,97	✓	
5α Adiol	-18,59	-27,40	✓	
5β Pdiol	-18,25	-25,55	✓	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,76	-0,14	-0,94	-1,74
Andro - 11 Kétoétio	0,21	0,80	0,00	-0,80
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,48	-0,15	-0,95	-1,75
5α Adiol - 5β Pdiol	-1,32	-0,51	-1,31	-2,11

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$

$\delta^{13}\text{C}$  du composé < -28‰

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8‰

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

### Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone.

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable: 22/04/07

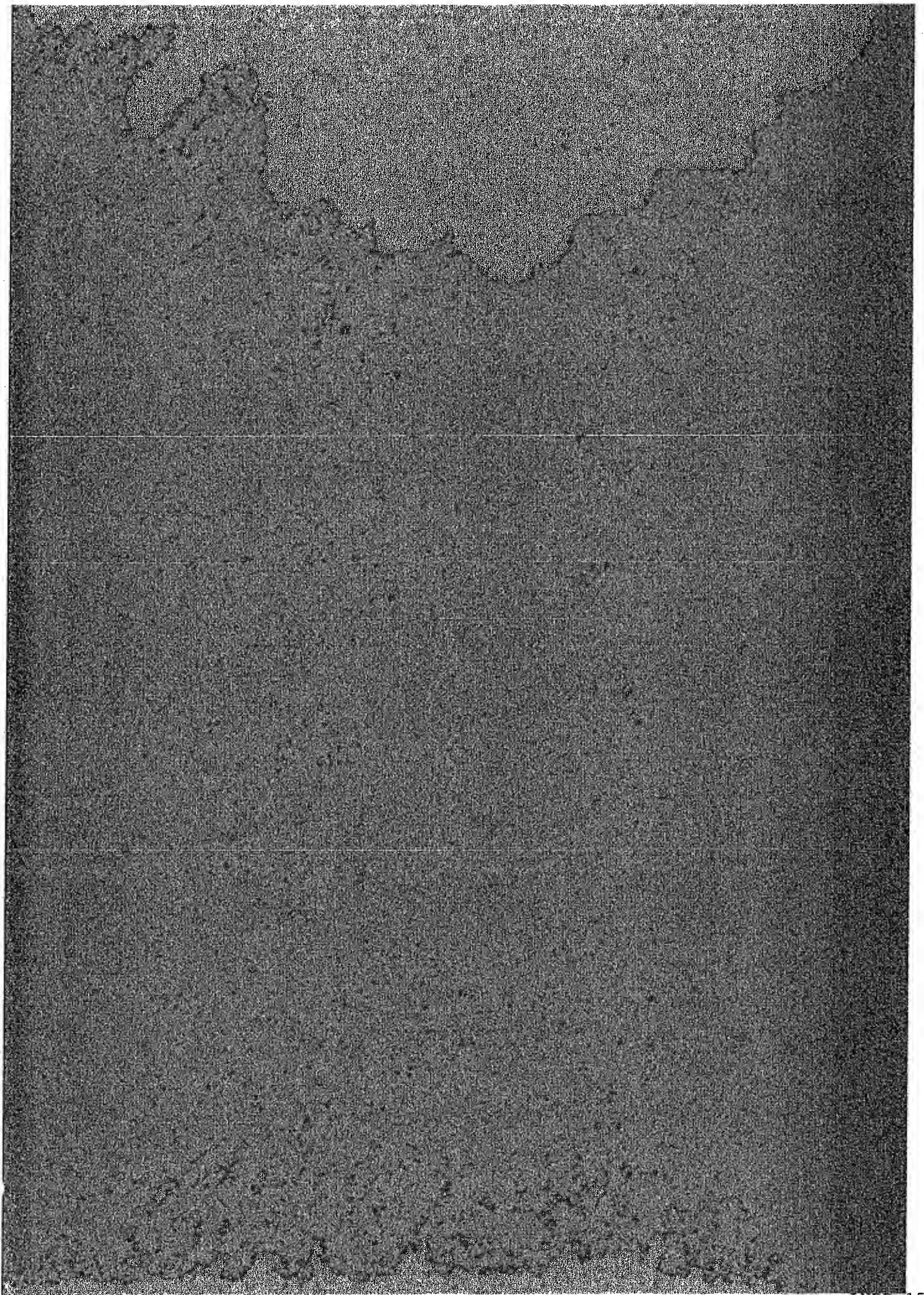
Observations:

*[Signature]*

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

87



Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

## **RAPPORT D'ANALYSE N° 5**

**Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007**

Sport : **USADA**  
Épreuve et lieu : **Réanalyse**  
Date : **16/04/2007**

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : **16/04/2007**  
Type de matériel : **Berlinger**  
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**  
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**  
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

**Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)**

Date de début des analyses : **16/04/2007**

**Méthodes d'analyses utilisées** : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

**Conclusions :**

**L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone**

NB : Echantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 $\alpha$ -androstanediol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CEAUBRIZ  
Directeur

**Destinataire :**

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

**Copie :**

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

1/1

88